

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DARI TULANG
IKAN TUNA SIRIP KUNING (*Thunnus albacores*)
DENGAN METODE PRESIPITASI**



Skripsi

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Meraih Gelar Sarjana Sains
Jurusan Kimia pada Fakultas Sains dan Teknologi
UIN Alauddin Makassar

MUTMAINNAH

NIM: 60500112027

FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UIN ALAUDDIN MAKASSAR
2016

PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Mahasiswa yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Mutmainnah
NIM : 60500112027
Tempat/Tanggal Lahir : Pinrang, 03 Februari 1995
Jurusan/Prodi : Kimia
Alamat : Jln. H. M Yasin Limpo
Judul : Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Tulang Ikan
Tuna (*Thunnus albacores*) dengan Metode Presipitasi

Menyatakan dengan sesungguhnya dan penuh kesadaran bahwa skripsi ini benar adalah hasil karya sendiri. Jika di kemudian hari terbukti bahwa ia merupakan duplikat, tiruan, plagiat, atau dibuat oleh orang lain, sebagian atau seluruhnya, maka skripsi dan gelar yang diperoleh karenanya batal demi hukum.

Makassar, Desember 2016

Penyusun,

MUTMAINNAH
NIM: 60500112027

PENGESAHAN SKRIPSI

Skrripsi yang berjudul "Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Tulang Ikan Tuna (*Thunnus albacores*) dengan Metode Presipitasi" yang disusun oleh Mutmainnah, NIM : 60500112027 mahasiswa jurusan Kimia pada Fakultas Sains dan Teknologi UIN Alauddin Makassar, telah diuji dan dipertahankan dalam sidang munaqasyah yang diselenggarakan pada hari senin 31 Oktober 2016 bertepatan 30 Muharram 1438 H, dinyatakan telah dapat diterima sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana dalam Ilmu Kimia, jurusan Kimia (dengan beberapa perbaikan).

Samata-Gowa, 29 November 2016

29 Zulkaidah 1438 H

DEWAN PENGUJI :

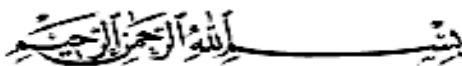
Ketua	: Dr. Ir. A. Suarda, M.Si	(.....)
Sekretaris	: Syamsidar, H.S., S.T., M.Si	(.....)
Munaqisy I	: Sjamsiah, S.Si., M.Si., Ph.D	(.....)
Munaqisy II	: Aisyah, S.Si., M.Si	(.....)
Munaqisy III	: Dr. Muhsin Mahfudz, M.Th.I	(.....)
Pembimbing I	: Dex. St. Chadijah, M.Si	(.....)
Pembimbing II	: Wa Ode Rustiah, S.Si., M.Si	(.....)

Diketahui oleh :

Dekan Fakultas Sains dan Teknologi
UIN Alauddin Makassar

Prof. Dr. H. Arifuddin, M.Ag
NIP : 19691205 199303 1 001

KATA PENGANTAR



Assalamualaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Puji dan syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan karuniaNya sehingga skripsi yang berjudul “**Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Tulang Ikan Tuna Sirip Kuning (*Thunnus albacores*) dengan Metode Presipitasi**” ini dapat terselesaikan dan sekaligus menjadi syarat untuk menyelesaikan pendidikan di Fakultas Sains dan Teknologi UIN Alauddin Makassar.

Salam dan shalawat atas junjungan Nabi Besar Muhammad SAW, nabi yang telah membawa umat manusia dari alam kegelapan menuju kealam terang benderang. Terima kasih penulis ucapkan kepada seluruh pihak yang telah membantu dalam proses penyelesaian skripsi ini. Untuk itu, iringan doa dan ucapan terima kasih penulis sampaikan, utamanya kepada kedua orang tua tercinta, ayahanda Muh. Nuh dan ibunda Hasmah serta saudara-saudaraku Aisyah Nuh dan Maria Ulfah Nuh atas doa dan kesabarannya serta dukungan material dan spiritual kepada penulis. Terima kasih juga penulis ucapkan kepada :

1. Bapak Prof. Dr. Musafir Pababbari M.Si, selaku Rektor Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar.
2. Bapak Prof. Dr. Arifuddin, M.Ag, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar.
3. Ibu Sjamsiah, S.Si., M.Si., Ph.D, selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar.

4. Ibu Aisyah, S.Si., M.Si, selaku sekretaris Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar.
5. Ibu Dra. Sitti Chadijah, M.Si selaku pembimbing I yang telah berkenan meluangkan waktu dan tenaganya dalam membimbing dari awal penelitian hingga akhir penyusunan skripsi ini.
6. Ibu Wa Ode Rustiah, S.Si., M.Si, selaku pembimbing II yang telah berkenan membimbing dari awal penelitian hingga akhir penyusunan skripsi ini.
7. Ibu Sjamsiah S.Si., M.Si., Ph.D, Ibu Aisyah, S.Si., M.Si dan Dr. Muhsin Mahfud, M.Ag selaku penguji yang senantiasa memberikan kritik dan saran guna menyempurnakan skripsi ini.
8. Segenap Dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar yang telah membantu.
9. Musyawirah Baharuddin selaku Staf Jurusan Kimia dan seluruh staf karyawan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Alauddin Makassar.
10. Para laboran Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi.
11. Sahabat seperjuangan Kimia 2012, segenap senior dari angkatan 2011 juga junior angkatan 2013 serta rekan penelitian saya (Hardiyanti dan Muliati).

Akhir kata, semoga skripsi ini bermanfaat bagi semua pihak dan dapat bernilai ibadah di sisiNya. Amin ya Rabbal Alamin.

Wassalamu ‘alaikum wr wb.

Makassar, Januari 2017

Penulis

DAFTAR ISI

JUDUL	i
PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI	ii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
DAFTAR ISI	vi
DAFTAR TABEL	viii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
ABSTRAK	x
ABSTRACT	xi
BAB I PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang Masalah.....	1
B. Rumusan Masalah	5
C. Tujuan Penelitian.....	5
D. Manfaat penelitian.....	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
A. Ikan Tuna (<i>Thunnus albacores</i>)	7
B. Hidroksiapatit	11
C. Metode Presipitasi	13
D. <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	16
E. <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR)	19
F. <i>X-Ray Diffractometer</i> (XRD)	22
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
A. Waktu dan Tempat Penelitian	28
B. Alat dan Bahan	
1. Alat	28
2. Bahan	28
C. Prosedur Kerja	
1. Preparasi Sampel	29
2. Pembuatan CaO.....	29

3. Analisis dengan <i>X-Ray Flouresence</i> (XRF).....	29
4. Sintesis Hidroksiapatit	30
5. Analisis dengan FTIR	30
6. Analisis dengan XRD	31
 BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	
A. Hasil Penelitian.....	32
B. Pembahasan	34
 BAB V PENUTUP	
A. Kesimpulan.....	47
B. Saran	48
 KEPUSTAKAAN.....	49
LAMPIRAN-LAMPIRAN.....	53
RIWAYAT HIDUP	63

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Tipe Transisi Energi Setiap Daerah Spektrum Elektromagnetik	16
Tabel 2.2 Bilangan Gelombang Gugus yang Terdapat pada Hidroksiapatit	21
Table 4.1 Senyawa dalam Tulang Ikan Tuna Sirip Kuning berdasarkan Data Analisis XRF	26
Tabel 4.2 Rendamen Hasil Sintesis Hidroksiapatit dengan Lama Pengendapan.....	26
Tabel 4.3 Spektrum Hasil Uji FTIR	27
Tabel 4.4 Bentuk dan Ukuran Kristal Berdasarkan analisis XRD	27

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Ikan Tuna Sirip Kuning (<i>Thunnus albacores</i>)	9
Gambar 2.2	Struktur Heksagonal Kristal Hidroksiapatit	12
Gambar 2.3	Struktur Monoklinik Kristal Hidroksiapatit	13
Gambar 2.4	Cara Perhitungan Rendamen	16
Gambar 2.5	Prinsip Kerja XRF	18
Gambar 2.6	Skema Kerja Metode Laue	26
Gambar 2.7	Skema Metode Rotasi Kristal	26
Gambar 2.8	Skema Kerja Metode Serbuk	27
Gambar 4.1	Spektrum FTIR dengan Lama Pengendapan 12 jam	31
Gambar 4.2	Spektrum FTIR dengan Lama Pengendapan 24 jam	32
Gambar 4.3	Spektrum FTIR dengan Lama Pengendapan 36 jam	32
Gambar 4.4	Spektrum FTIR dengan Lama Pengendapan 48 jam	33
Gambar 4.5	Spektrum FTIR dengan Lama Pengendapan 60 jam	34
Gambar 4.6	Difraktogram Analisis XRD Lama Pengendapan 12 jam	35
Gambar 4.7	Difraktogram Analisis XRD Lama Pengendapan 24 jam	36
Gambar 4.8	Difraktogram Analisis XRD Lama Pengendapan 36 jam	36
Gambar 4.9	Difraktogram Analisis XRD Lama Pengendapan 48 jam	37
Gambar 4.10	Difraktogram Analisis XRD Lama Pengendapan 12 jam	38

ABSTRAK

Nama : Mutmainnah
NIM : 60500112027
Judul : Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Tulang Ikan Tuna Sirip Kuning (*Thunnus albacore*) dengan Metode Presipitasi

Indonesia sebagai salah satu produsen ikan tuna terbesar di dunia, menghasilkan tulang ikan tuna yang cukup besar sebagai hasil samping. Kandungan kalsium yang cukup tinggi dalam tulang ikan tuna berpotensi untuk menghasilkan hidroksiapatit ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$) dengan metode presipitasi (pengendapan). Kalsium dalam tulang ikan tuna diperoleh melalui proses kalsinasi pada suhu 900°C . Pada proses sintesis, kalsium yang telah diperoleh ditambahkan dengan asam fosfat (H_3PO_4) 0,6 M dengan laju alir 1 mL/menit. Rendemen hidroksiapatit yang dihasilkan setelah sintesis dengan variasi waktu pengendapan 12, 24, 36, 48 dan 60 jam sebesar 91,15%, 91,24%, 91,35%, 91,55% dan 91,80%. Produk hidroksiapatit yang diperoleh dianalisis dengan FTIR dan XRD. Analisis FTIR menunjukkan adanya gugus OH, PO_4 dan CO_3 . Berdasarkan difraktogram yang dihasilkan dari analisis XRD, ukuran kristal yang diperoleh masing-masing sebesar 211,29 nm, 91,1442 nm, 78,24 nm, 51,95 nm dan 33,9564 nm dengan struktur heksagonal.

Kata Kunci: Hidroksiapatit, presipitasi, kalsinasi, tulang ikan tuna

ABSTRACT

Nama : Mutmainnah
NIM : 60500112027
Judul : *Synthesis and Characterization Hydroxyapatite from Tuna Fish Bones Yellow Fin (Thunnus albacore) with Precipitation Method*

Indonesia as one of the biggest tuna fish producers in the world, produce tuna fish bones large enough as byproduct. Since tuna fish bone contain high calcium. It is potentially to be the raw material of hydroxyapatite ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$) by precipitation method. Calcium in tuna fish bones obtained by calcination process at the temperature 900°C . On synthesis process, calcium which has been obtained added phosphoric acid 0,6 M with flow rate/rapid. Yield of hydroxyapatite generated after synthesis with the variation of the precipitation time 12, 24, 36, 48 and 60 hours are of 91.15%, 91.24%, 91.35%, 91.55% and 91.80%. Hydroxyapatite product obtained was analyzed by FTIR and XRD. FTIR analysis indicate the presence of OH groups, PO_4 and CO_3 . Based on the resulting diffractogram of XRD analysis, crystallite size obtained each of 211.29 nm, 91.1442 nm, 78.24 nm, 51.95 nm and 33.9564 nm structure is hexagonal.

Keywords: *hydroxyapatite, precipitation, calcination, tuna fish bone*

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Indonesia merupakan negara kepulauan yang berada di antara dua samudera besar yaitu Samudera Pasifik dan Samudera Hindia sehingga memiliki potensi sumber daya perikanan yang besar (Putra, dkk, 2013: 12). Posisi Indonesia yang strategis, jelas sangat menguntungkan untuk menjadi produsen tuna di dunia. Hal ini terjadi karena massa air barat dan timur yang melintas di Samudera Hindia dengan membawa partikel kaya akan makanan biota laut. Kemudian, arus *Kuroshio*, yaitu *North Equatorial* dan *South Equatorial Current* di Samudera Pasifik merupakan wilayah yang kaya akan bahan makanan serta mempunyai suhu, salinitas dan beberapa faktor *oseanografis* yang disukai oleh ikan tuna (Rahajeng, 2012: 6).

Ikan tuna merupakan ikan yang memiliki nilai jual tinggi dan termasuk jenis ikan yang paling banyak dicari dari laut Indonesia. Itu disebabkan rasanya yang lezat. Namun, bagian ikan tuna yang dapat dimakan hanya berkisar antara 50% - 60% berupa daging. Hal ini menyebabkan diperoleh hasil samping berupa kepala, sisik kulit dan tulang. Tulang dan kepala ikan merupakan hasil samping yang mendominasi baik dari skala industri maupun rumah tangga (Murniyati, dkk, 2014: 3).

Tulang ikan tuna sebagai salah satu limbah terbesar dari industri pengolahan ikan tuna, akan memberikan dampak yang kurang baik terhadap lingkungan jika tidak dimanfaatkan. Hal ini terjadi karena dapat menimbulkan pencemaran. Padahal tulang

ikan mengandung mineral yang cukup tinggi dibandingkan dengan bagian tubuh yang lain karena unsur utama dari tulang ikan adalah kalsium, fosfor dan karbonat (Trilaksani, dkk, 2006: 36). Tulang ikan mengandung 60-70% mineral dengan komponen penyusun berupa 30% protein kolagen dan sebagian besar bioapatit, termasuk hidroksiapatit, *carbonated apatite* atau *dahlite* (Riyanto, dkk, 2013: 120). Pemanfaatan limbah tulang ikan tuna dalam industri pengolahan tepung sebagai sumber kalsium (Ca) merupakan salah satu alternatif dalam rangka menyediakan sumber pangan kaya akan kalsium (Ca) sekaligus mengurangi dampak buruk pencemaran lingkungan akibat dari pembuangan limbah industri pengolahan tuna (Trilaksani, dkk, 2006:36). Melalui pendekatan teknologi yang tepat, tulang ikan tuna sirip kuning (*Thunnus albacores*) dapat diolah menjadi produk yang memiliki nilai ekonomi yang tinggi berupa hidroksiapatit ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$) (Aisyah, 2012: 134). Sebagaimana telah dijelaskan Allah SWT dalam QS. An-Nahl/16: 18:

وَإِنْ تَعُدُّوا نِعْمَةَ اللَّهِ لَا تُحْصُوهَا إِنَّ اللَّهَ لَغَفُورٌ رَحِيمٌ ١٨

Terjemahnya:

“Dan jika kamu menghitung-hitung nikmat Allah, niscaya kamu tidak dapat menentukan jumlahnya. Sesungguhnya Allah benar-benar Maha Pengampun lagi Maha Penyayang” (Kementerian Agama RI, 2012).

Ayat ini menjelaskan nikmat (anugerah) yang telah diberikan Allah SWT. Nikmat yang diberikan Allah SWT bahkan tidak dapat dihitung jumlahnya (tidak terhingga). Sesungguhnya Allah benar-benar Maha Pengampun lagi Maha Penyayang, sehingga itulah sebabnya nikmat-Nya tidak pernah putus walau durhaka. Dengan melapangkan maghfirah dan rahmah atas sesuatu, menjadilah baik dan

bermanfaat untuk selainnya, serta selalu diminati dan menjadi nikmat (Tafsir Al-Mishbah volume 7, 2002: 206-207). Namun sebaliknya, jika nikmat yang diberikan terabaikan (tidak dimanfaatkan dengan baik), maka itu dianggap sebagai perbuatan yang boros. Padahal Islam menganggap terlalu boros adalah perbuatan yang berdosa karena akan mengakibatkan ingkar terhadap nikmat Allah SWT. Sebagaimana Allah SWT telah berfirman dalam surah Al Isra/17: 27:

إِنَّ الْمُبَذِّرِينَ كَانُوا إِخْوَانَ الشَّيَاطِينِ ۖ وَكَانَ الشَّيْطَانُ لِرَبِّهِ كَفُورًا ٢٧

Terjemahnya:

“Sesungguhnya pemboros-pemboros itu adalah saudara-saudara syaitan dan syaitan itu adalah sangat ingkar kepada Tuhannya” (Kementerian Agama RI, 2012).

Dalam ayat ini dikatakan bahwa “sesungguhnya pemboros-pemboros itu adalah saudara syaitan”, yaitu saudara dalam keborosan, kebodohan, pengabaian terhadap ketaatan dan kemaksiatan kepada Allah SWT. Oleh karena itu, Allah SWT berfirman”dan syaitan itu adalah sangat ingkar kepada Tuhan-Nya”. Maksudnya benar-benar ingkar karena syaitan itu telah mengingkari nikmat Allah yang diberikan kepadanya dan sama sekali tidak mau berbuat taat kepada-Nya, bahkan dia cenderung durhaka kepada-Nya dan menyalahi-Nya (Tafsir Ibnu Katsir Jilid 5, 2004: 158).

Produk tulang ikan berupa hidroksiapatit ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$) merupakan unsur anorganik alami yang berasal dari tulang yang dapat dimanfaatkan untuk regenerasi tulang, memperbaiki, mengisi, memperluas dan merekonstruksi jaringan tulang. Hal ini dikarenakan hidroksiapatit memiliki sifat biokompatibilitas yang sempurna apabila diimplankan pada tulang. Selain itu, hidroksiapatit juga dapat digunakan sebagai

adsorben untuk mengatasi pencemaran lingkungan terhadap logam berat (Aisyah, 2012: 132).

Hidroksiapatit untuk aplikasi industri umumnya diperoleh dengan metode sintesis. Beberapa metode sintesis yang digunakan untuk menghasilkan hidroksiapatit antara lain metode hidrotermal, elektrodposisi, *sol gel*, presipitasi (Nayak, 2010: 905). Metode presipitasi merupakan metode yang paling sering digunakan karena dianggap paling sederhana untuk sintesis hidroksiapatit (Mohammad, dkk, 2014: 141). Beberapa peneliti sebelumnya telah melakukan sintesis hidroksiapatit dengan metode presipitasi menggunakan kalsium nitrat ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$) sebagai sumber kalsium (Ca) dan diamonium hidrogen fosfat ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) sebagai sumber fosfat, menghasilkan hidroksiapatit murni dengan ukuran kristal sebesar 89,5 nm (Rujitanapanich, dkk, 2014: 113). Selain itu, ada pula yang melakukan sintesis hidroksiapatit menggunakan kalsium hidroksida ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) sebagai sumber kalsium dan diamonium hidrogen fosfat ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) sebagai sumber fosfat, menghasilkan hidroksiapatit murni dengan kristalinitas yang tinggi (Santos, dkk, 2004: 626). Namun, pada penelitian ini hidroksiapatit disintesis dengan kalsium hidroksida ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) sebagai sumber kalsium dan asam fosfat (H_3PO_4) sebagai sumber fosfat.

Hasil dari sintesis dapat dianalisis dengan menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) yang berfungsi untuk mendapatkan spektrum penyerapan inframerah emisi konduktifitas (Sebastian, dkk, 2014) dan analisis dengan menggunakan X-Ray diffraction (XRD) yang berfungsi untuk mengidentifikasi

struktur, ukuran kristal, parameter kisi dan derajat kristalinitas suatu material melalui puncak-puncak intensitas yang muncul (Yoruc, 2009: 75).

Berdasarkan latar belakang di atas, maka penelitian mengenai sintesis hidroksiapatit dari tulang ikan tuna sirip kuning (*Thunnus albacores*) dapat dilakukan dengan metode presipitasi. Sedangkan untuk karakterisasi dilakukan dengan menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) dan *X-Ray Diffraction* (XRD).

B. Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini yaitu:

1. Berapa rendemen hidroksiapatit yang dihasilkan dari tulang ikan tuna sirip kuning (*Thunnus albacores*) dengan metode presipitasi?
2. Bagaimana karakteristik senyawa hidroksiapatit yang dihasilkan dari tulang ikan tuna sirip kuning (*Thunnus albacores*) menggunakan FTIR ?
3. Bagaimana karakteristik senyawa hidroksiapatit yang dihasilkan dari tulang ikan tuna sirip kuning menggunakan XRD?

C. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini yaitu:

1. Untuk mengetahui rendemen hidroksiapatit ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$) yang dihasilkan dari tulang ikan tuna sirip kuning (*Thunnus albacores*) dengan metode presipitasi.
2. Untuk menguji gugus fungsi hidroksiapatit yang dihasilkan dari tulang ikan tuna sirip kuning menggunakan FTIR (*fourier transform infrared*).
3. Untuk mengetahui bentuk struktur dan ukuran hidroksiapatit yang dihasilkan dari tulang ikan tuna sirip kuning dengan menggunakan XRD (*X-ray diffractometer*).

D. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini yaitu:

1. Sebagai sumber rujukan untuk penelitian selanjutnya mengenai sintesis hidroksiapatit ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$) dari tulang ikan tuna sirip kuning (*Thunnus albacores*) dengan menggunakan metode presipitasi.
2. Apabila diaplikasikan dapat mengurangi limbah tulang ikan tuna sirip kuning (*Thunnus albacores*) pada industri pengolahan ikan.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Ikan Tuna

Indonesia merupakan salah satu negara maritim atau kepulauan yang sebagian besar wilayahnya berupa perairan laut. Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan oleh Badan Koordinasi Survei dan Pemetaan Nasional (Bakosurtanal), jumlah pulau-pulau yang tersebar di Indonesia lebih dari 17.000 pulau dengan ukuran besar dan kecil. Wilayah perairan laut yang sangat luas ini merupakan sumber daya alam bahari yang tidak ternilai harganya. Sumber daya yang terkandung di dalamnya yang dapat dimanfaatkan antara lain berupa bahan galian dan sumber daya sektor perikanan. Potensi perikanan laut Indonesia diperkirakan mencapai 6,6 juta ton pertahun. Jenis komoditas ikan yang sangat potensial antara lain adalah ikan tuna (Utoyo, 2009: 80).

Ikan tuna pada umumnya memiliki badan yang padat, silindris, panjang dan mulutnya cukup lebar. Posisi mulut terletak dibagian muka di bawah matanya. Mempunyai gigi kecil dan runcing yang semakin ke belakang makin kecil ukurannya. Matanya lebar dan mempunyai dua sirip dorsal yang berdekatan. Di belakang sirip dorsal yang kedua sampai ekornya terdapat 8-9 sirip-sirip kecil. Sirip-sirip demikian juga terdapat antara sirip anal dan ekornya pada bagian bawah badan (Hadiwiyoto, 2009: 15).

Tuna mempunyai tubuh seperti torpedo dengan kepala yang lacip. Tubuhnya licin. Pada pangkal sirip punggung, dubur, perut dan dada mempunyai lekukan pada

tubuh sehingga dapat memperkecil daya gesekan air pada saat ikan sedang berenang dengan kecepatan penuh. Ikan tuna terkenal sebagai perenang hebat, dapat mencapai 50 km/jam (Kordi, 2010: 174).

Tuna yang sudah dikenal handal dalam bergerak di laut karena ikan tuna dapat menaikkan suhu darahnya di atas suhu air dengan aktivitas ototnya. Tuna merupakan ikan yang memiliki nilai jual yang tinggi. Ikan tuna banyak diperjualbelikan dan dikonsumsi masyarakat (Sukrama, 2010: 34).

Ikan tuna yang seringkali dikonsumsi oleh masyarakat di seluruh dunia terdiri atas ikan tuna sirip biru (*Thunnus maccoyii*), ikan tuna mata besar (*Thunnus obesus*), ikan tuna albacora (*Thunnus alalunga*) dan ikan tuna sirip kuning (*Thunnus albacores*) (Rahajeng, 2012: 12).

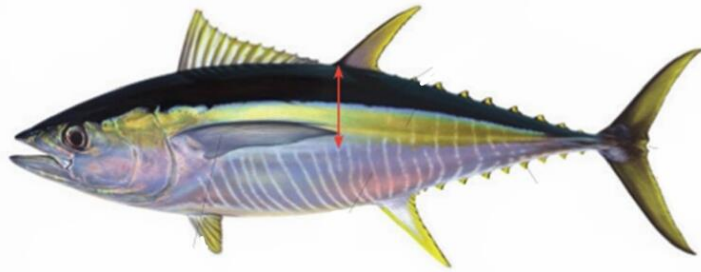
Menurut Miazwir (2012: 19), ikan tuna sirip kuning (*Thunnus albacores*) berdasarkan taksonominya dapat diklasifikasikan sebagai berikut:

Kingdom	: Animalia
Filum	: Chordata
Subfilum	: Vertebrata
Kelas	: Pisces
Subkelas	: teleostei
Ordo	: Perciformes
Subordo	: Scombroidae
Genus	: Thunnus
Spesies	: <i>Thunnus albacores</i>

9

Sifat khusus dari ikan tuna sirip kuning memiliki panjang tertinggi yang tercatat sekitar 210 cm dengan berat sekitar 176,4 kg. Tubuh lonjong, mempunyai warna biru tua metalik pada bagian belakang dan berubah menjadi kuning keperak-perakan pada

perut. Balutan kuning bergulir pada bagian sisinya dan perutnya. Sekitar 20 garis-garis putus vertikal sebagai karakteristik yang tidak ditemukan pada jenis tuna lainnya (Miazwir, 2012: 20). Sebagaimana yang diperlihatkan pada **Gambar 2.1:**



Gambar 2. 1. Ikan tuna Sirip Kuning (*Thunnus albacores*)
(Rahajeng, 2012: 12)

Ikan tuna memiliki kandungan protein dan lemak yang cukup rendah. Selain itu, ikan tuna juga mengandung mineral-mineral seperti, 9.0 mg kalsium, 220 mg fosfor, 1.1 mg besi, 78 mg sodium, 1.2 gram abu dan energi sebesar 105 g dalam 100 gram (Rospiati, 2007: 7). Mineral-mineral kalsium dalam bentuk persenyawaan yang terdapat dalam tulang ikan berupa 58,3% kalsium fosfat, 3,83 kalsium karbonat dan 1,9 % kalsium florida. Mineral-mineral tersebut dapat dimanfaatkan jika diolah dengan baik (Wijaya, 2010: 27), sebagaimana firman Allah SWT dalam QS. 10 Fathir/35: 12 di bawah ini:

وَمَا يَسْتَوِي الْبَحْرَانِ هَذَا عَذْبٌ فُرَاتٍ سَائِغٌ شَرَابُهُ وَهَذَا مِلْحٌ أُجَاجٌ وَمِنْ كُلٍّ
تَأْكُلُونَ لَحْمًا طَرِيًّا وَتَسْتَخْرِجُونَ حِلْيَةً تَلْبَسُونَهَا وَتَرَى الْفُلْكَ فِيهِ مَوَاجِرَ
لِنَبْتَغُوا مِنْ فَضْلِهِ وَلَعَلَّكُمْ تَشْكُرُونَ ۝ ۱۲

Terjemahan:

“Dan tiada sama (antara) dua laut; yang ini tawar, segar, sedap diminum dan yang lain asin lagi pahit. Dan dari masing-masing laut itu kamu dapat memakan

daging yang segar dan kamu dapat mengeluarkan perhiasan yang dapat kamu memakainya, dan pada masing-masingnya kamu lihat kapal-kapal berlayar membelah laut supaya kamu dapat mencari karunia-Nya dan supaya kamu bersyukur” (Kementrian Agama RI, 2012).

Allah SWT berfirman mengingatkan tentang kekuasaan-Nya dalam menciptakan sesuatu yang bermacam-macam. Dia menciptakan dua buah lautan, yaitu satu tawar dan segar dan itulah sungai yang mengalir diantara manusia, baik yang kecil maupun yang besar dan dapat diminum bagi siapa saja yang yang membutuhkan. Yang lain asin lagi pahit dan itulah laut yang tenang yang ditempati kapal-kapal berlayar. Dalam ayat ini terdapat kata *lahman tarīyā* yang berarti daging yang segar. Daging segar yang dimaksudkan dalam ayat ini adalah ikan yang segar. Kata *tarīyā* yang berarti segar mengisyaratkan untuk memakan ikan dengan segera, karena akan cepat rusak dan berubah. Selain itu, ikan juga memiliki anggota tubuh lain seperti tulang yang mengandung mineral cukup tinggi berupa kalsium. Dengan demikian seorang hamba patut bersyukur kepada Allah SWT karena ditundukkannya 11 lautan yang dapat dimanfaatkan sesuai dengan kebutuhan (Tafsir Ibnu Katsir Jilid 6, 2004: 601-602). Namun, ada bagian anggota ikan yang perlu proses lanjutan agar bisa termanfaatkan dengan baik seperti tulang.

B. Hidroksiapatit

1. Deskripsi Hidroksiapatit

Kalsium yang terdapat dalam tulang berbentuk senyawa dan berikatan dengan gugus fosfat (PO_4), gugus hidroksil (OH) dan karbonat (CO_3). Senyawa hidroksiapatit merupakan senyawa yang tersusun atas kalsium, gugus fosfat dan gugus hidroksil

serta komponen utama penyusun tulang dan mineral gigi. Senyawa hidroksiapatit dalam tulang terdapat dalam 2 bentuk fase, yaitu fase amorf dan fase kristal. Sedangkan untuk fase stabil kristal hidroksiapatit lebih dikenal dengan nama hidroksiapatit (HAp) dengan rumus molekul $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ (Purnama, 2006: 154-155).

Hidroksiapatit termasuk ke dalam bagian senyawa apatit dengan rumus umum $\text{M}_5(\text{ZO}_4)_3\text{X}$. Jenis senyawa apatit lainnya diperoleh dengan mengganti elemen-elemen pada bagian M, Z, dan X. Bagian M dapat ditempati oleh Ca. Sedangkan Z dapat ditempati oleh unsur P, V, As, S, Si, Ge, dan gugus fungsi CO_3 . Bagian X dapat ditempati oleh unsur F, Cl, OH, O, Br, serta gugus fungsi CO_3 dan OH (Hartati, dkk, 2014: 56-57).

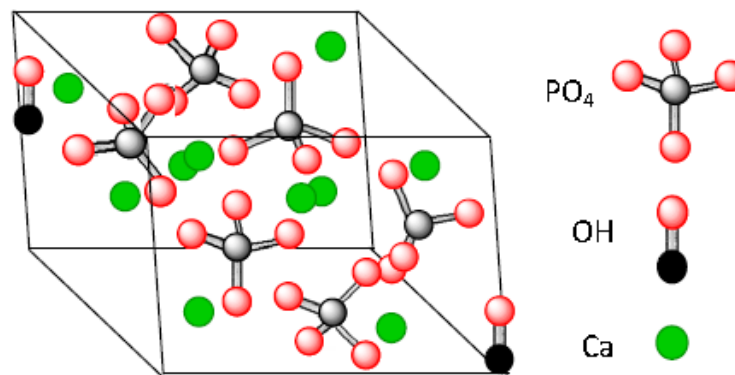
Keberadaan ion karbonat dapat menghambat terbentuknya hidroksiapatit murni karena dapat menggantikan ion hidroksil. Semakin tinggi konsentrasi ion karbonat 12 maka proses kristalisasi juga akan semakin menurun. Sehingga karbonat berperan sebagai inhibitor dalam pembentukan hidroksiapatit (Ahmianti dan Djarwani, 2002: 58). Ion karbonat dapat menggantikan ion OH^- membentuk kristal apatit karbonat tipe A dan bila ion karbonat menggantikan ion PO_4^{3-} membentuk kristal apatit karbonat tipe B (Wati, 2014: 13).

2. Sifat Fisik Hidroksiapatit

Hidroksiapatit sintesis dapat diekstrak dari tulang atau dapat diproduksi langsung dengan menggunakan metode basah-pengendapan (presipitasi) dari ion

kalsium dan fosfat. Serbuk hidroksiapatit yang diperoleh, dapat berupa kristal dengan ukuran dan bentuk yang berbeda-beda (Wahl dan JT, 2006: 46).

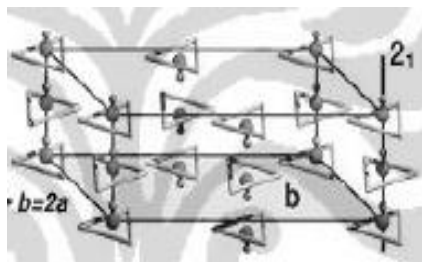
Bentuk struktur dari hidroksiapatit terdiri atas dua yaitu monoklinik dan heksagonal. Struktur heksagonal memiliki parameter kisi $a = b = 9,37 \text{ \AA}$, $c = 6,88 \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = 90^\circ$, $\gamma = 120^\circ$. Struktur kristal heksagonal dari senyawa hidroksiapatit terdapat pada **Gambar 2.1** di bawah ini:



13

Gambar 2. 2. Struktur heksagonal dari kristal hidroksiapatit (Rujitanapanich, 2014: 112-113)

Bentuk struktur monoklinik dari hidroksiapatit memiliki parameter kisi $a = 9,421 \text{ \AA}$, $c = 6,881 \text{ \AA}$ dan $\gamma = 120^\circ$, sebagaimana yang diperlihatkan pada **Gambar 2.2** berikut ini:



Gambar 2. 3. Struktur monoklinik dari kristal hidroksiapatit (Suriyadi, 2011: 11)

3. Sifat Biologis Hidroksiapatit

Menurut Wati (2014: 12-13), hidroksiapatit memiliki beberapa sifat biologis, di antaranya:

- a. Tahan terhadap korosi
- b. Mampu bertahan selama pemakaian di lingkungan tubuh
- c. Tidak menimbulkan reaksi penolakan dari jaringan tubuh
- d. Memiliki sifat biokompatibilitas yang tinggi

C. Metode Presipitasi

Pembentukan apatit biologis dan beberapa sifat dari senyawa apatit diperoleh melalui sintesis senyawa apatit. Sintesis senyawa apatit (hidroksiapatit) dilakukan dengan menggunakan metode presipitasi dalam berbagai macam larutan dengan konsentrasi tertentu. Kristalinitas senyawa apatit meningkat dengan meningkatnya suhu dalam proses sintesis. Suhu pemanasan dalam sintesis senyawa hidroksiapatit berkisar antara 900°C - 1100 °C (Brown, 1994: 10).¹⁴

Metode presipitasi kimia termasuk metode yang sederhana untuk sintesis hidroksiapatit apabila dibandingkan dengan metode-metode lain. Metode ini melibatkan beberapa senyawa kimia yang terdiri dari kalsium dan fosfat. Kalsium nitrat tetrahidrat ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) adalah sumber Ca^{2+} yang biasa digunakan dalam metode ini. Selain itu, dapat dilihat bahwa diamonium hidrogen fosfat ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) dan dipotasium hidrogen fosfat tetrahidrat ($\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) merupakan sumber fosfat (PO_4^{3-}) (Mohammad, dkk, 2014: 141).

Menurut Santos, dkk (2004: 626), mengatakan bahwa hidroksiapatit dapat pula disintesis dengan menggunakan kalsium hidroksida ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) sebagai sumber kalsium dan asam fosfat (H_3PO_4) sebagai sumber fosfat. Adapun reaksi yang terjadi dapat dilihat di bawah ini:



Menurut Suryadi (2012), kualitas hidroksiapatit seperti ukuran, bentuk, tingkat kristalinitas dan kuantitas (rendamen) yang dihasilkan dengan menggunakan metode presipitasi bergantung pada beberapa hal, yaitu:

1. Laju penambahan asam fosfat
2. Temperatur reaksi
3. pH
4. suhu kalsinasi
5. Waktu pengendapan

15

Stabilitas hidroksiapatit yang mudah dipengaruhi oleh pH, dapat diatur dengan melakukan penambahan larutan yang bersifat basa hingga mencapai pH 10. Endapan yang diperoleh dikeringakan pada suhu kamar hingga kadar airnya berkurang sekitar 30%. Butiran yang diperoleh dengan ukuran 0,5 hingga 2 mm kemudian dikalsinasi pada suhu $\pm 900^\circ\text{C}$ selama ± 4 jam (Ignjatovic, dkk, 1999: 810).

Proses pengeringan serbuk apatit yang diperoleh dengan metode presipitasi pada temperatur $\pm 900^\circ\text{C}$ mengakibatkan senyawa yang diperoleh berubah dari fase amorf menjadi fase kristal (Ahmianti dan Djarwani, 2002: 58). Selain temperatur, waktu pengendapan juga mempengaruhi fase hidroksiapatit yang akan dihasilkan.

Semakin lama waktu pengendapan, maka derajat kristalinitas yang dihasilkan juga akan semakin baik (Septiani, dkk, 2013: 2).

Umumnya, hidroksiapatit sintesis yang diperoleh dengan metode presipitasi memiliki ukuran partikel sebesar 10 nm hingga 100 nm dengan bentuk kristal berupa heksagonal. sedangkan untuk rendamen, dapat diperoleh sebesar 80-98% (Mohammad, 2014: 144).

Menurut Riyanto (2013), rendamen dapat diartikan sebagai bobot relatif serbuk yang dihasilkan setelah proses *sintering* (setelah sintesis) terhadap bobot serbuk yang digunakan sebelum proses sintesis berlangsung. Serbuk sebelum proses sintesis yang dimaksud adalah serbuk berupa kalsium oksida (CaO) kemudin dikali 100%¹⁶ Sebagaimana yang ditunjukkan pada **Gambar 2.4.** berikut ini:

$$Rendamen = \frac{Bobot\ akhir\ sampel}{Bobot\ awal\ sampel} \times 100\%$$

Gambar 2.4. Cara perhitungan Rendamen

Meskipun banyak variabel yang berpengaruh terhadap kualitas hidroksiapatit yang dihasilkan, namun sintesis hidroksiapatit dengan menggunakan metode presipitasi tetap memiliki beberapa keuntungan. Menurut Suryadi (2011: 22), metode presipitasi memiliki beberapa keuntungan sehingga seringkali dipergunakan dalam sintesis hidroksiapatit. Beberapa keuntungan tersebut adalah sebagai berikut:

1. Hidroksiapatit dapat disintesis dengan biaya yang tidak terlalu besar.
2. Hasil samping yang diperoleh adalah air.

3. Dapat disintesis tanpa banyak menggunakan pelarut organik.

D. *X-Ray Fluorescence (XRF)*

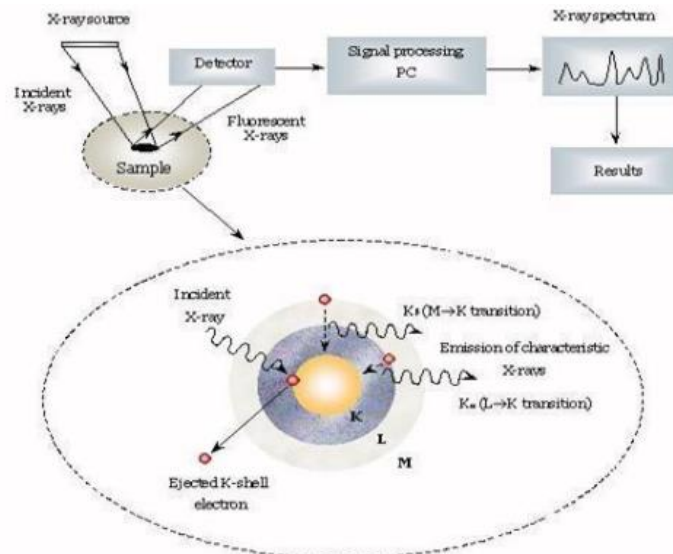
X-Ray Fluorescence (XRF) adalah suatu teknik analisis yang menggunakan interaksi sinar-X untuk menentukan komposisi unsur dalam suatu bahan. Selain itu, XRF termasuk dalam teknik analisa non-destruktif yang digunakan untuk identifikasi serta penentuan konsentrasi elemen yang ada pada padatan, bubuk ataupun sampel cair. XRF secara luas digunakan sebagai alat karakterisasi di beberapa laboratorium dan industri. Kemajuan terbaru dalam teknologi sinar-X (X-Ray) telah menghasilkan pengembangan Instrumen XRF yang mampu menganalisis resolusi dengan kecepatan tinggi, yang sekarang dipakai oleh peneliti dan analis dalam aplikasi di bidangnya masing-masing (Jenkins, 1988: 6).

Metode XRF secara luas digunakan untuk menentukan komposisi unsur suatu material. Karena metode ini cepat dan tidak merusak sampel, metode ini dipilih untuk aplikasi di lapangan dan industri untuk kontrol material. Tergantung pada penggunaannya, XRF dapat dihasilkan tidak hanya oleh sinar-X tetapi juga sumber eksitasi primer yang lain seperti partikel alfa, proton atau sumber elektron dengan energi yang tinggi (Khusna, 2012: 20).

Hasil XRF berupa spektrum hubungan energi eksitasi dan intensitas sinar-X. Energi eksitasi menunjukkan unsur penyusun sampel dan intensitas menunjukkan nilai kualitas dari unsur tersebut. Semakin tinggi intensitasnya maka semakin tinggi pula persentase unsur tersebut dalam sampel. Metode XRF akan memberikan nilai

intensitas secara total dari unsur tertentu dalam semua bentuk senyawa (Saksono, 2002: 91). Sama halnya dengan alat instrumen lain, XRF juga memiliki prinsip kerja. Sebagaimana yang ditunjukkan **Gambar 2.5.** berikut ini:

18



Gambar 2.5. Prinsip kerja XRF

(Khusna, 2012: 21)

Gambar 2.5. memperlihatkan prinsip kerja dari XRF. Sinar-X dari *tube* sinar X (sumber pengeksitasi/radioisotop) akan ditembakkan terhadap sampel yang dianalisis. Pancaran radiasi sinar-X tersebut akan berinteraksi dengan sampel dalam proses efek foto listrik. Dalam sampel akan terjadi pelepasan elektron serta pengisian kekosongan elektron sehingga akan memancarkan sinar-X. Sinar X dari sampel akan dikirim ke detektor. Sinyal dari detektor akan diproses oleh elektronik dan dikirim ke komputer yang kemudian akan ditampilkan dalam bentuk spektrum (Mulyono, dkk, 2012: 229).

Perbedaan hasil pengukuran kandungan unsur-unsur logam yang menggunakan *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS) dan XRF dapat dijelaskan sebagai berikut. Prinsip pengukuran kandungan unsur-unsur dalam suatu sampel menggunakan AAS adalah mengukur intensitas cahaya yang diteruskan oleh sampel cair yang berkorelasi dengan intensitas serapan spektronik oleh unsur-unsur yang terdapat pada sampel pengukuran ini khusus untuk konsentrasi yang sangat encer. Pengukuran AAS sangat diganggu oleh adanya interferensi-interferensi yang datang dari larutan itu sendiri maupun unsur-unsur yang memiliki serapan yang mirip. Sementara itu, pengukuran dengan XRF adalah pemaparan langsung bubuk padatan dengan sinar-X fluoresensi. Spektrum-spektrum yang terukur merupakan spektrum yang khas terhadap unsur tertentu dan semua unsur-unsur yang menyusun mineral-mineral yang terdapat pada bubuk sampel yang memiliki sifat aktif terhadap XRF akan menghasilkan *peak-peak* pada pola spektranya. Dengan mengukur luas *peak* untuk unsur tertentu dan membandingkannya dengan luas seluruh *peak* yang

muncul maka komposisi dari unsur-unsur yang menyusun mineral-mineral yang ada dapat ditentukan (Karyasa, 2013: 211).

E. Fourier Transform InfraRed (FTIR)

Spektroskopi inframerah (IR) telah mengalami perubahan selama 40 tahun terakhir. Pada tahun 1960, penjelasan mengenai struktur senyawa organik mulai dikaitkan dengan penggunaan spektroskopi inframerah. Spektroskopi inframerah merah memainkan peranan yang cukup penting terhadap beberapa laboratorium penelitian (Griffiths dan Haseeth, 2007: 1).

Instrumentasi yang digunakan dalam radiasi inframerah menggunakan 20 dasar-dasar optik yang hampir sama seperti yang terdapat dalam spektrofotometer ultraviolet dan tampak. Seperti spektrofotometer lain maka cara penanganan spektrofotometer inframerah juga cukup mudah. Komponen mekanik dan listrik dirancang bangun untuk mengubah perubahan energi yang sangat kecil menjadi suatu spektrum yang akurat (Sastrohamidjojo, 1992: 135).

Tabel 2. 1. Tipe transisi energi setiap daerah spektrum elektromagnetik

Daerah Spektrum	Transisi Energi
Sinar-X	Pemecahan ikatan
Ultraviolet/tampak	Elektronik
Inframerah	Vibrasi
Gelombang mikro	Rotasi
Frekuensi radio	Putaran inti (resonansi magnetik)
	Putaran elektron (resonansi putaran elektron)

(Sastrohamidjojo, 1992: 2)

Sama halnya dengan tipe penyerapan energi yang lain maka molekul akan tereksitasi ketingkat energi yang lebih tinggi bila mereka menyerap radiasi inframerah. Penyerapan radiasi inframerah merupakan proses kuantisasi. Hanya frekuensi (energi) tertentu dari radiasi inframerah sesuai dengan perubahan energi yang memiliki orde dari 2 hingga 10 KKal/mol (Sastrohamidjojo, 1992: 3).

Posisi relatif atom dalam molekul tidak pasti, tetapi berubah-ubah terus menerus karena bervibrasi. Untuk molekul dwi-atom atau tri atom, vibrasi dapat dianggap dan dihubungkan dengan energi absorpsi tetapi untuk molekul poliatom, vibrasi tidak dapat dengan mudah diperkirakan disebabkan karena banyaknya pusat vibrasi yang berinteraksi. Umumnya vibrasi ini diklasifikasikan sebagai vibrasi ulur dan vibrasi tekuk. Vibrasi ulur menyangkut konstanta vibrasi antara dua atom sepanjang sumbu ikatan, sedangkan vibrasi tekuk terdiri atas empat tipe yaitu, *scissoring*, *rocking*, *wagging* dan *twisting* (Khopkar, 1990: 243).

21

Spektrum inframerah merekam panjang gelombang atau frekuensi. Bila suatu senyawa menyerap radiasi pada panjang gelombang tertentu, maka intensitas radiasi yang diteruskan oleh sampel berkurang. Sehingga akan terlihat pada spektrum sebagai puncak absorpsi atau pita serapan. Pita-pita inframerah dalam sebuah spektrum dapat dikelompokkan menurut intensitasnya, kuat (*s=strong*), sedang (*m=medium*) dan lemah (*w=weak*) (Supratman, 2006: 66-67). Tabel berikut ini menunjukkan serapan beberapa gugus yang terdapat pada hidroksiapatit:

Tabel 2.2. Bilangan gelombang (cm^{-1}) untuk gugus yang terdapat pada hidroksiapatit

Gugus	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)
OH	3800-2700
PO ₄	1100-500
CO ₃	1700-1400

Spektrum OH berada pada daerah 3800-2700 cm⁻¹. Jika spektrum suatu senyawa muncul pada kisaran daerah tersebut, maka diduga bahwa senyawa tersebut mengandung gugus OH dalam strukturnya. Ciri khas yang dimiliki gugus OH yaitu pita yang muncul menunjukkan pita lebar. Akan tetapi jika pita yang muncul tidak berbentuk pita lebar (runcing), maka dianggap bahwa ikatan hidrogen yang ada tidak ekstensif (Fessenden dan Joan, 1992: 319-320).

22

Spektrum PO₄ berada pada daerah 1100-500 cm⁻¹. Gugus PO₄ memiliki 4 model vibrasi yaitu, vibrasi *stretching* (V₁) pada bilangan gelombang sekitar 960 cm⁻¹. Vibrasi *bending* (V₂), pada bilangan gelombang sekitar 363 cm⁻¹. Vibrasi *asimetri stretching* (V₃), pada bilangan gelombang sekitar 1040-1090 cm⁻¹ dan vibrasi *asimetri bending* (V₄), pada bilangan gelombang 575-610 cm⁻¹. Sedangkan spektrum CO₃ yang berada pada daerah 1400-1700 cm⁻¹ akan menunjukkan pita serapan dengan bentuk vibrasi berupa *asimetri stretching* (Riyanto, 2013: 125).

Fourier Transform Infrared (FTIR) memiliki beberapa keuntungan, diantaranya yaitu memiliki kepekaan yang tinggi. FTIR dapat diidentifikasi dalam jumlah yang kecil dari 10⁻³ hingga 10⁻⁶. Selain itu, pengukuran dengan FTIR relatif mudah dan cepat (Smith, 2011: 8-9).

F. Difraksi Sinar-X (XRD)

Difraksi ditemukan oleh Wilhelm Röntgen (1845-1923) pada tahun 1895, dan eksperimen-eksperimen yang dilakukan pada mulanya menganggap bahwa sinar-X itu adalah gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang yang ordenya sebesar 10^{-10} meter. Pada waktu yang hampir bersamaan munculah ide baru bahwa dalam sebuah benda padat berupa kristal, atom-atom disusun dalam sebuah pola yang berulang secara beratur, dengan jarak antara atom-atom yang berdekatan juga berorde 10^{-10} meter (Suryanarayana dan Norton, 1998: 18).

Sinar-X radiasi elektromagnetik menyerupai cahaya tampak, akan tetapi²³ memiliki panjang gelombang yang lebih pendek. Kisaran panjang gelombang yang sesuai dengan sinar-X kurang jelas, tetapi identik dengan sinar ultraviolet dan identik dengan sinar gamma yang dipancarkan oleh zat radioaktif (Guinier, 1994: 1).

Pada hakikatnya penyelidikan tentang panjang gelombang sinar x diawali oleh M. Von Laue pada tahun 1912 yang memikirkan kemungkinan dipakainya kristal selaku kisi difraksi 3 dimensi mengikat jarak antar atom-atom di dalam kristal adalah seorde dengan panjang gelombang sinar-X yang beberapa angstrom (\AA) itu. Gagasan ini ditindak lanjuti oleh W. Friedrich dan E. P. Knipping pada tahun 1913 secara eksperimen. Dengan melewati sinar-X menembus lempeng kristal *zinc blende* (ZnS) maka pada pencucian kertas film yang ditempatkan di belakangnya, tampak bintik-bintik noda yang lalu dikenal sebagai bintik noda *Laue* (*Laue spots*) (Soedjono, 2001: 232-233).

Eksperimen membuktikan bahwa sinar-X adalah gelombang, atau bersifat menyerupai gelombang dan juga atom-atom dalam sebuah kristal disusun dalam sebuah pola yang teratur. Sejak saat itu, difraksi sinar-X telah terbukti sebagai sebuah alat penelitian yang sangat penting untuk mengukur panjang gelombang sinar-X dan untuk mempelajari struktur kristal (Young , dkk, 2003: 632).

Analisa tentang difraksi sinar-X oleh kristal demikian dikemukakan oleh W. L. Bragg pada tahun 1912 juga, dengan memandang difraksi itu sebagai interferensi antara sinar-sinar yang terpantul di bidang-bidang sejajar yang melewati deretan atom-atom kristal yang dinamakan bidang-bidang Bragg (Soedjono, 2001: 233).

Apabila sinar-X monokromatik mengenai permukaan bidang kristal dengan sudut difraksi tertentu, sebagian radisi terdifraksi dan sebagian lagi masuk ke lapisan dalam kristal pertama hingga mencapai permukaan lapisan dalam kristal kedua. Pada gilirannya sinar-X tersebut sebagian terdifraksi dan sebagian lagi masuk ke lapisan dalam kristal kedua hingga mencapai permukaan lapisan dalam kristal ketiga. Dengan demikian seterusnya. Radiasi yang didifraksikan oleh semua permukaan lapisan dalam kristal terarah ke detektor, semua radiasi difraksi itu berada dalam fase yang sama karena terjadi interferensi konstruktif, yaitu radiasi saling menguatkan dan sinyal sinar-X mencapai detektor. Pada kondisi itu, panjang alur radiasi yang ditempuh oleh sinar-X difraksi yang dipantulkan dipermukaan kristal dan yang memasuki lapisan dalam kristal kemudian dipantulkan oleh permukaan dalam kristal, berbeda sebesar $2 d \sin \theta$ (sudut θ adalah sudut difraksi) yang merupakan kelipatan bulat dari panjang gelombang sinar-X yang digunakan. Dengan demikian tebal

lapisan dalam kristal d dapat dihitung dengan persamaan Bragg dan senyawa kristal dapat diketahui identitasnya. Difraksi sinar-X adalah satu-satunya teknik analisis yang dapat mengidentifikasi senyawa (Satiadarma, 2004: 130-131).

Kristal tunggal digunakan untuk penentuan struktur karena banyaknya jumlah refleksi yang dapat diperoleh dan mudahnya interpretasi. Ukuran kristal tunggal satu mm, dapat dipasang pada ujung kapiler gelas, direkat dengan *shellac*. Jika tidak ada kristal tunggal, dipakai serbuk kristal yang dapat digunakan untuk identifikasi senyawa. Pola difraksi dibandingkan dengan sejumlah diagram dari senyawa yang diketahui, sampai dapat ditemukan persamaan. Difraksi serbuk akan menghasilkan sejumlah nilai d (tebal lapisan dalam kristal) untuk setiap senyawa (Satiadarma, 2004: 132). 25

Kondisi difraksi sinar-X dari kristal dalam persamaan Bragg, yaitu:

$$n\lambda = 2 d \sin \theta \quad \dots (1)$$

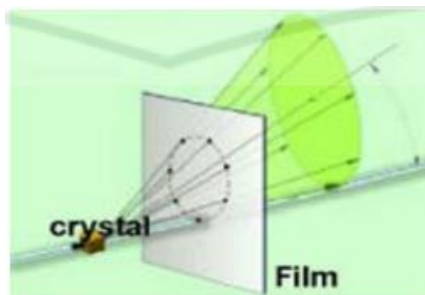
Dari sudut θ terukur yang menghasilkan intensitas maksimum untuk sinar-X terhambur dan panjang gelombang sinar-X (λ), jarak (d) dapat dihitung di antara bidang-bidang atom. Dengan orientasi kristal yang berbeda, jarak atom dan densitas elektron untuk berbagai arah melewati kristal tersebut dapat ditentukan untuk berbagai arah, dengan kata lain struktur kristal (Petrucchi, dkk, 2008:132).

Penerapan hukum Bragg dalam difraksi sinar-X menggunakan satu parameter λ dan θ yang konstan. Menurut Rahman dan Mohammad (2016: 6) berdasarkan penetapan dari parameter tersebut, metode difraksi dapat dibagi menjadi 3 bagian yaitu,

1. Metode Laue

Metode difraksi ini tidak menggunakan berkas sinar monokromatik dan spektrumnya tidak menggunakan karakteristik melainkan menggunakan spektrum yang kontinu dari logam targetnya. Metode ini menggunakan film foton yang terletak dibagian belakang kristal sehingga berkas sinar difraksi yang ditransmisikan dapat langsung diserap. Sebagaimana yang diperlihatkan pada **Gambar 2.6.** berikut ini:

26



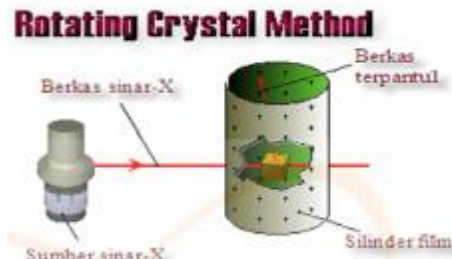
Gambar 2.6. metode Laue (tranmisi)

(Krisnawan, 2009: 26)

2. Metode rotasi kristal

Metode rotasi kristal berbeda dengan metode Laue. Proses rotasi kristal pada metode ini terjadi ketika kristal dari sampel disinari oleh sinar-x dan sinar-x tersebut mengelilingi kristal sehingga orientasi tertentu akan dihasilkan berkas difraksi

kemudian direkam oleh film foto. **Gambar 2.7.** berikut ini menunjukkan skema metode difraksi kristal berputar:



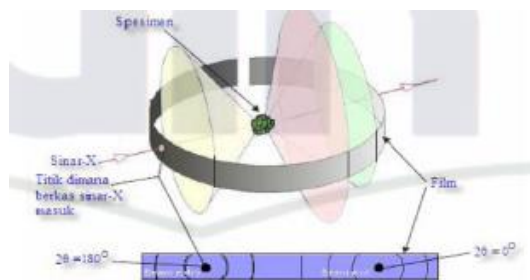
Gambar 2.7. Metode rotasi kristal

(Rahman dan Mohammad, 2016: 7)

27

3. Metode serbuk

Metode ini menjelaskan mengenai kristal yang diamati dalam bentuk serbuk. Dimana setiap butir serbuk berlaku sebagai kristal berukuran kecil dengan orientasi acak dan diputar tidak melalui satu sumbu saja. Alternatif yang lain adalah menggunakan difraktometer sebagai pengganti kamera dan hasil difraksi direkam dalam *chart recorder*. **Gambar 2.8.** berikut ini merupakan skema kerja dari metode serbuk:



Gambar 2.8. Metode serbuk

(Rahman dan Mohammad, 2016: 7)

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Juni-Oktober di laboratorium Kimia Analitik, laboratorium *Basic Animals* Fakultas Sains dan Teknologi UIN Alauddin Makassar, laboratorium Analisis Kimia Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar, laboratorium Kimia Organik FMIPA Universitas Hasanuddin dan Laboratorium *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Energi Dispersive X-Ray Fluorescence* (EDXRF) Sains Building Universitas Hasanuddin.

B. Alat dan Bahan

1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu, *Fourier Transform Infrared* (FTIR) *Shimadzu Prestige-21*, *X-ray Diffraction* (XRD) *Shimadzu Maxima-X*, *Energy Dispersive X-Ray Fluorescence* (EDXRF) *Thermo scientific Arl Quant'X*, tanur *Thermo Scientific Heraeus*, ayakan *Retsch Sieve and Shaker AS 200 basic*, *stirring hot plate Thermo Scientific Cimatec*, neraca analitik, desikator, oven, corong Buchner, buret, lumpang dan mortar, statif dan klem, alat-alat gelas.

2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu aquades (H_2O), asam 29 posfat (H_3PO_4), aseton (CH_3COCH_3), kertas indikator pH universal, kertas saring *whatman* no. 42, natrium hidroksida ($NaOH$), tulang ikan tuna sirip Kuning (*Thunnus albacores*).

28

C. Prosedur Kerja

1. Preparasi sampel

Tulang ikan dicuci dengan air keran dan direbus selama ± 2 jam, kemudian dipotong-potong dan dikeringkan selama 14 hari dengan sinar matahari. Setelah itu, tulang ikan dibersihkan dari jaringan lunak dan dicuci dengan aquades. Kemudian dikeringkan dengan sinar matahari. Setelah kering, tulang ikan tuna direndam dengan aseton (CH_3COCH_3) selama 3 x 24 jam (setiap 1 x 24 jam dilakukan penggantian pelarut) dan diuapkan pada suhu kamar hingga aroma asetonnya hilang. Setelah itu,

tulang ikan tuna dipanaskan dengan oven selama 4 jam pada suhu 105°C dan ditempa menjadi bagian-bagian yang lebih kecil.

2. Pembuatan Kalsium Oksida (CaO)

Tulang ikan tuna ditimbang sebanyak 80.04 gram dan dioven selama 2 jam. Setelah itu, tulang ikan tuna dikalsinasi pada suhu 900°C selama 5 jam. kemudian timbang bobot sampel dan haluskan dengan lumpang dan alu. Kemudian ayak dengan ayakan 125 mesh. Serbuk CaO yang dihasilkan dianalisis dengan *Energy Dispersive X-Ray Fluorescence* (EDXRF).

3. Analisis dengan XRF

Alat dan monitor dinyalakan sehingga di monitor akan muncul tampilan display 30 untuk langkah pengoperasian alat XRF. Sebelum alat dioperasikan, terlebih dahulu dilakukan kalibrasi alat. Ketika XRF dioperasikan *spinner* sampel *holder* akan bergerak menuju *holder* dan berhenti secara otomatis. Tampilan display digital DX-95 akan menunjukkan angka. Kondisi pengukuran pada tegangan 14 kV dan kuat arus 90 μ A. Pengukuran sampel akan terjadi hingga 5 menit.

4. Sintesis Hidroksiapatit

CaO ditimbang sebanyak 7,4094 gram. Kemudian dimasukkan dalam gelas kimia 300 mL dan ditambahkan 100 mL aquades sehingga akan terbentuk suspensi. Setelah itu, dilakukan pengadukan dengan kecepatan 700 rpm selama 1 jam pada suhu 90°C dan ditambahkan dengan larutan asam posfat 0,6 M sebanyak 100 mL secara perlahan dengan kecepatan 1 mL/menit menggunakan buret. Setelah larutan asam posfatnya habis, dilakukan pengadukan lanjutan kecepatan 700 rpm selama 1

jam pada suhu 90°C. pH larutan diatur dengan menggunakan larutan natrium hidroksida (NaOH) 1 M hingga mencapai pH 10. Setelah itu, larutan didiamkan selama, 12, 24, 36, 48 dan 60 jam sehingga akan terbentuk endapan. Endapan yang diperoleh disaring dengan menggunakan corong buchner ± 4 jam dan dicuci dengan aquades sebanyak 3 kali pencucian. Setelah itu, endapan dipanaskan selama 2 jam pada suhu 105°C dan dipanaskan pada suhu 900°C selama 5 jam. Bobot serbuk yang dihasilkan kemudian ditimbang. Setelah itu, menghitung rendamen yang diperoleh dengan rumus sebagai berikut:

$$Rendamen = \frac{\text{Bobot akhir sampel}}{\text{Bobot awal sampel}} \times 100\% \quad 31$$

5. Analisis dengan FTIR

Sampel dalam bentuk serbuk digerus hingga memenuhi ukuran partikel kurang dari 2 μm . kemudian dimasukkan ke dalam *pellet press* secara merata. *pellet press* dihubungkan dengan pompa kompersi *hydraulic* serta pompa vakum selama 15 menit. *Pellet* yang terbentuk diusahakan memiliki ketebalan 0.3 mm (transparan). Selanjutnya *pellet* dibuka secara hati-hati dan dipindahkan ke dalam *sle holder* menggunakan spatula. Setelah itu, alat diatur dengan dengan kecepatan normal dan ekspansi transmisi 100 x. setelah itu, dilakukan analisa gugus fungsi.

6. Analisis Hidroksiapatit dengan XRD

Sebelum digunakan alat dikalibrasi terlebih dahulu dan XG kontrol (berupa arus), *water flow*, *shutter* dan *door open* diatur. Sambil menunggu kalibrasi alat,

sebanyak 2 mg sampel ditempatkan di dalam *holder* pada difraktometer. Tegangan yang digunakan adalah 40 Kv dan arus generatornya sebesar 30 mA dengan sumber panjang gelombang sebesar 1,5406 Å. Hasil yang diperoleh berupa difraktogram yang teridentifikasi berdasarkan intensitas dan sudut 2θ . Penentuan fase muncul mengacu pada *Joint Committee on Powder Diffraction Standard* (JCPDS).

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Pengamatan

1. Kandungan Senyawa yang terdapat pada Tulang Ikan tuna Sirip Kuning

Berdasarkan hasil analisis XRF diperoleh beberapa komponen-komponen senyawa yang terdapat pada tulang ikan tuna. Sebagaimana yang ditunjukkan **Tabel 4.1.**

Tabel 4.1 Senyawa dalam Tulang Ikan Tuna Sirip Kuning hasil kalsinasi berdasarkan Data Analisis XRF

Senyawa	Konsentrasi (%b/b)
CaO	62,31
P ₂ O ₅	37,46

SrO	0,186
Nb ₂ O ₅	0,0162
MoO ₃	0,0098
Sb ₂ O ₃	0,0061
In ₂ O ₃	0,0061
SnO ₂	0,0059

2. Rendamen serbuk Hasil Sintesis

Tabel 4.2 Rendamen Hasil Sintesis Hidroksiapatit Berdasarkan Lama Pengendapan

Lama waktu pendiaman (jam)	Rendamen (%b/b)
12	91,15
24	91,24
36	91,39
48	91,55
60	91,80

33

3. Karakterisasi dengan FTIR

Berdasarkan hasil analisis dengan FTIR diperoleh gugus hidroksil (OH)⁻, fosfat (PO₄)³⁻ dan karbonat (CO₃)²⁻. Rentang bilangan gelombang dan gugus fungsi yang ada pada FT-IR dapat dilihat pada **Tabel 4.3**.

Tabel 4.3 Spektrum hasil uji FTIR

Gugus	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)				
	12 jam	24 jam	36 jam	48 jam	60 jam
(OH) ⁻	3568,31	3570,24	35,70,24	3568,31	3568,38
(PO ₄) ³⁻	570,93	570,93	572,86	570,93	570,93
	601,79	601,79	601,79	601,79	601,79
	1053,13	1051,20	1053,13	1041,56	1049,28
	1091,71	1093,64	1093,64	1093,64	1093,64
	1419,61	1413,82	1415,75	1421,54	1419,61
(CO ₃) ²⁻	1454,33	1454,33	1454,33	1456,26	1454,33

4. Karakterisasi dengan XRD

Berdasarkan hasil analisis dengan menggunakan XRD maka diperoleh beberapa karakteristik dari senyawa yang dihasilkan sebagaimana yang terdapat dalam tabel 4.4.

Tabel 4.4. Bentuk dan Ukuran Kristal Berdasarkan Analisis XRD

Karakteristik	Lama Pengendapan (nm)				
	12 jam	24 jam	36 jam	48 jam	60 jam
Bentuk kristal	Heksagonal	Heksagonal	Heksagonal	Heksagonal	Heksagonal
Ukuran kristal	211,2914	91,1442	78,2476	54,4136	33,9564

35

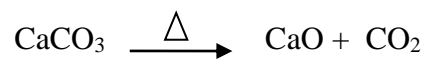
B. Pembahasan

Hidroksiapatit ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$) merupakan senyawa anorganik hasil sintesis yang sifatnya sangat mirip dengan penyusun jaringan keras pada tulang dan gigi (Cheng, dkk, 2001: 37). Unsur terbesar penyusun hidroksiapatit adalah kalsium (Ca). Pada penelitian ini sumber kalsium yang digunakan untuk sintesis hidroksiapatit berasal dari limbah tulang ikan tuna sirip kuning (*Thunnus albacores*).

Menurut Defandi (2015: 20), limbah tulang ikan tuna sirip kuning dikelompokkan ke dalam bagian limbah tulang ikan yang memiliki kadar minyak terbesar jika dibandingkan dengan kepala dan kulit. Dimana, minyak merupakan suatu senyawa yang bersifat nonpolar sehingga untuk menarik senyawa tersebut diperlukan pelarut yang sifatnya sama dengan minyak yaitu aseton (CH_3COCH_3). Salah satu metode yang digunakan untuk menarik senyawa dalam suatu bahan adalah

maserasi. Maserasi merupakan proses perendaman sampel menggunakan pelarut organik pada suhu ruang. Selanjutnya, tulang ikan tuna yang telah dimaserasi dipisahkan dari pelarutnya dan dibiarkan di udara. Hal ini bertujuan agar pelarut yang masih terdapat pada tulang ikan tuna dapat menguap sempurna. Tulang ikan tuna yang diperoleh mengalami perubahan warna dari coklat menjadi kuning. Hal ini menunjukkan bahwa aseton benar-benar menarik minyak yang terkandung dalam tulang ikan tuna. Selain itu, warna kuning yang masih melekat pada tulang ikan tuna menunjukkan bahwa masih ada senyawa organik (minyak dan kolagen) yang³⁶ terkandung di dalamnya.

Kalsium yang terdapat dalam tulang ikan tuna berbentuk persenyawaan kalsium karbonat (CaCO_3), sehingga diperlukan proses lanjutan berupa kalsinasi untuk memperoleh kalsium oksida (CaO). Kalsinasi merupakan proses pemecahan suatu senyawa melalui pemanasan suhu tinggi yang menyebabkan terjadinya reaksi dekomposisi. Dalam hal ini, kalsium karbonat yang dipanaskan akan terurai, sebagaimana yang ditunjukkan reaksi berikut:

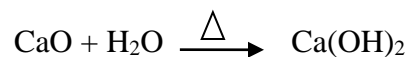


Reaksi di atas menunjukkan kalsium karbonat terurai menjadi kalsium oksida dan karbon dioksida (CO_2), dimana karbon dioksida akan menguap di udara.

Tulang ikan tuna yang telah dikalsinasi mengalami penurunan bobot rata-rata sebesar 44,68% dan mengalami perubahan warna dari putih kekuning-kuningan menjadi putih. Penurunan bobot yang terjadi menandakan adanya pelepasan unsur yang terdapat dalam tulang ikan tuna sirip kuning. Menurut Ozawa (2007) dalam

Riyanto (2013: 124), mengatakan bahwa sampel yang dikalsinasi suhu tinggi (700-900)°C akan berwarna putih yang menandakan proses degradasi material organik sudah tidak lagi terjadi. Untuk memastikan bahwa hasil yang diperoleh dari proses kalsinasi adalah kalsium oksida, maka dilakukan analisis dengan menggunakan *Energi Dispersive X-Ray Fluorescence* (EDXRF). Hasil analisis menunjukkan ada sekitar 62,31% kalsium oksida yang terdapat dalam tulang ikan tuna. Menurut Nagai (2004) dalam Kim dan Mendis (2006: 387), komponen organik berupa kolagen yang terdapat dalam tulang ikan meliputi 30% dan sisanya 60-70% merupakan komponen³⁷ anorganik berupa kalsium. Jadi, dapat dikatakan bahwa kandungan kalsium oksida yang terdapat dalam tulang ikan tuna sirip kuning sesuai dengan apa yang dikemukakan oleh Nagai.

Tahap selanjutnya yaitu sintesis, proses sintesis hidroksiapatit dilakukan dengan menggunakan metode presipitasi. Metode presipitasi sering digunakan untuk sintesis hidroksiapatit karena tidak menggunakan bahan kimia yang banyak. Sintesis dengan metode presipitasi hanya menggunakan kalsium hidroksida sebagai sumber kalsium (Ca(OH)₂). Adapun reaksi pembentukan kalsium hidroksida sebagai berikut:



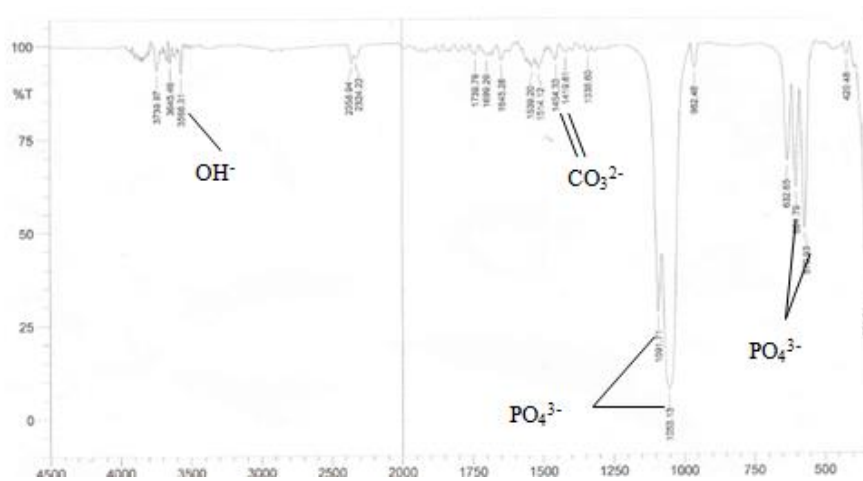
Kalsium oksida akan membentuk kalsium hidroksida jika direaksikan dengan aquades. Hal ini terjadi karena kalsium oksida yang bersifat mudah mengikat air. Kalsium hidroksida yang dihasilkan berfungsi sebagai sumber kalsium dalam sintesis hidroksiapatit. Sedangkan sumber fosfat yang digunakan berasal dari asam fosfat (H₃PO₄). Agar sintesis berjalan baik diperlukan kontrol pH, kecepatan pengadukan,

kecepatan laju alir penambahan asam fosfat, kontrol suhu dan lama waktu pendiaman. Menurut Gaod, dkk (2006:104) kecepatan pengadukan optimum sintesis hidroksiapatit dengan metode presipitasi berada pada kecepatan 700 rpm, kecepatan laju alir penambahan asam 1 mL/menit dan suhu pengadukan sebesar 90°C. Sehingga pada penelitian ini yang divariasikan adalah lama waktu pengendapan selama 12, 24, 36, 48 dan 60 jam. Adapun reaksi pembentukan hidroksiapatit yang terjadi yaitu:



Variasi lama pengendapan menunjukkan adanya perbedaan terhadap rendamen³⁸ yang dihasilkan. Rendamen merupakan bobot relatif serbuk hidroksiapatit setelah dilakukan sintesis terhadap bobot serbuk kalsium oksida sebelum dilakukan sintesis. Rendamen dihitung dengan membandingkan berat akhir sampel dengan berat awal sampel kemudian dikalikan dengan 100% (Riyanto, dkk, 2013: 123). Berdasarkan **Tabel 4.2.** dapat dikatakan bahwa lama waktu pengendapan berpengaruh terhadap rendamen yang dihasilkan. Menurut Andika (2015: 7), semakin lama waktu pengendapan, maka hasil yang diperoleh juga akan semakin banyak. Hal ini terjadi karena semakin lama waktu yang dibutuhkan untuk membiarkan endapan terendam, maka potensi untuk mencapai kesetimbangan juga semakin besar.

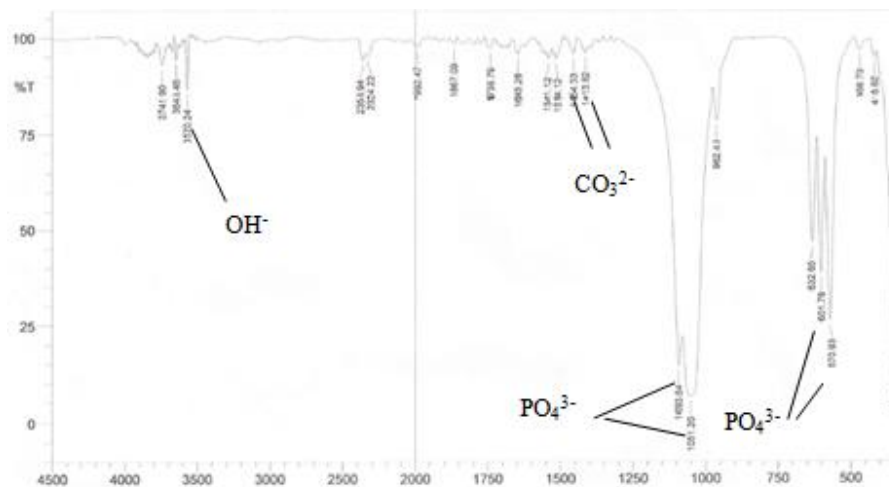
Spektrum hasil pengujian hidroksiapatit dengan lama pengendapan 12 jam menggunakan FTIR dapat dilihat pada **Gambar 4.1** berikut ini:



Gambar 4.1 Spektrum Variasi Lama Pengendapan 12 Jam

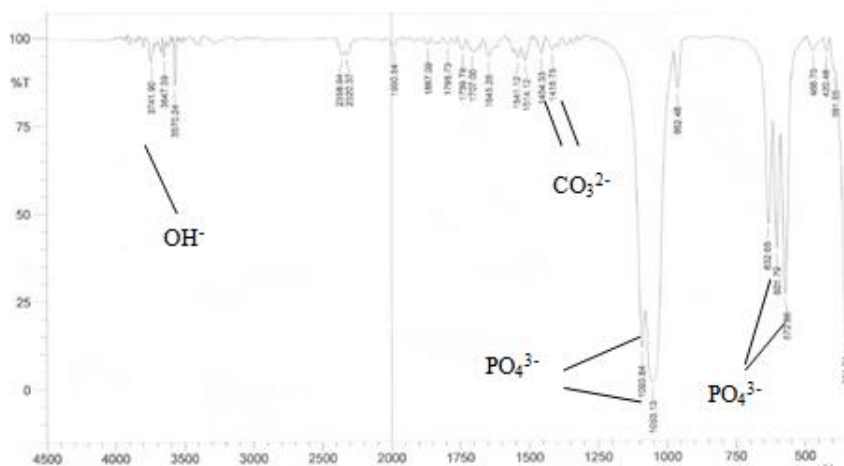
39

Spektrum FTIR pada sampel dengan lama pengendapan 12 jam yang disajikan pada **Gambar 4.1** menunjukkan adanya pita serapan gugus OH^- pada bilangan gelombang $3568,31 \text{ cm}^{-1}$. Pita serapan OH^- yang identik dengan pita lebar tidak terdapat pada **Gambar 4.1**. Pita serapan PO_4^{3-} terdapat pada bilangan gelombang $1053,13 \text{ cm}^{-1}$, $1091,71 \text{ cm}^{-1}$ merupakan pita serapan *asimetris stretching*. Sedangkan pita serapan PO_4^{3-} yang muncul pada bilangan gelombang $601,79 \text{ cm}^{-1}$ dan $570,93 \text{ cm}^{-1}$ merupakan pita serapan *asimetris bending*. Menurut Riyanto (2013: 125), gugus PO_4^{3-} memiliki 4 model vibrasi, pada bilangan gelombang $1040\text{-}1090 \text{ cm}^{-1}$ dikategorikan memiliki vibrasi *asimetris stretching*. Pada bilangan gelombang $500\text{-}610$ dikategorikan memiliki vibrasi *asimetris bending*. Selain gugus OH^- dan PO_4^{3-} , pada bilangan gelombang $1419,61 \text{ cm}^{-1}$ dan $1453,33 \text{ cm}^{-1}$ terdapat gugus CO_3^{2-} merupakan pita serapan vibrasi *asimetri stretching*.



Gambar 4.2 Spektrum Variasi Lama Pengendapan 24 Jam

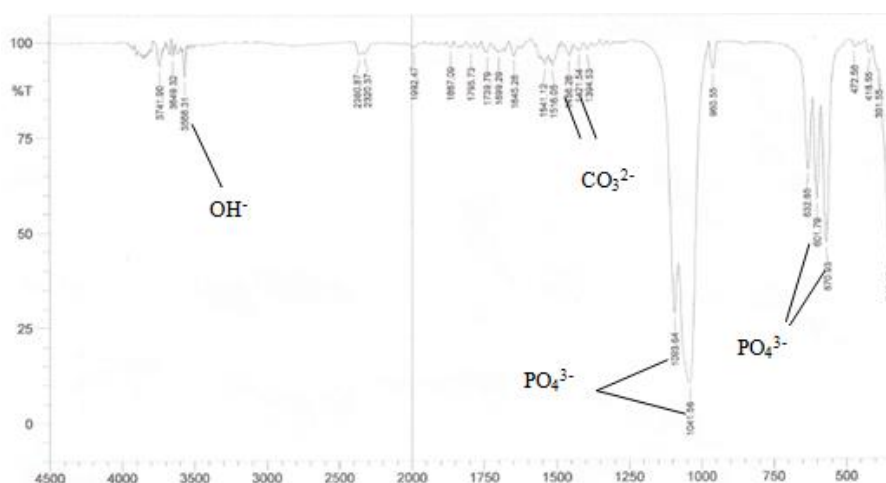
Spektrum FTIR pada sampel dengan lama pengendapan 24 jam disajikan pada **Gambar 4.2** menunjukkan adanya gugus OH^- pada bilangan gelombang $3570,24 \text{ cm}^{-1}$. Pita serapan OH^- yang terdapat pada **Gambar 4.2** merupakan pita serapan yang lemah. Pada bilangan gelombang $1051,20 \text{ cm}^{-1}$, $1093,64 \text{ cm}^{-1}$ terdapat pita serapan PO_4^{3-} yang bervibrasi secara *asimetris stretching*. Sedangkan pita serapan PO_4^{3-} pada bilangan gelombang $601,79 \text{ cm}^{-1}$ dan $570,93 \text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi *asimetris bending*. Sama seperti lama pengendapan 12 jam pada bilangan gelombang $1413,82 \text{ cm}^{-1}$ dan $1454,33 \text{ cm}^{-1}$ juga terdapat pita serapan CO_3^{2-} yang bervibrasi secara *asimetris stretching*.



Gambar 4.3 Spektrum Variasi Lama Pengendapan 36 Jam

Spektrum FTIR pada sampel dengan lama pengendapan 36 jam disajikan pada **Gambar 4.3** menunjukkan adanya gugus OH^- pada bilangan gelombang 3570,24 cm^{-1} . Pita serapan OH^- yang terdapat pada **Gambar 4.3** merupakan pita serapan yang lemah. Pada bilangan gelombang 1053,13 cm^{-1} , 1093,64 cm^{-1} terdapat pita serapan PO_4^{3-} yang bervibrasi secara *asimetris stretching*. Sedangkan pita serapan PO_4^{3-} pada bilangan gelombang 601,79 cm^{-1} dan 572,66 cm^{-1} merupakan vibrasi *asimetris bending*. Sama seperti lama pengendapan 12 jam pada bilangan gelombang 1415,75 cm^{-1} dan 1454,33 cm^{-1} juga pita serapan CO_3^{2-} yang bervibrasi secara *asimetris stretching*.

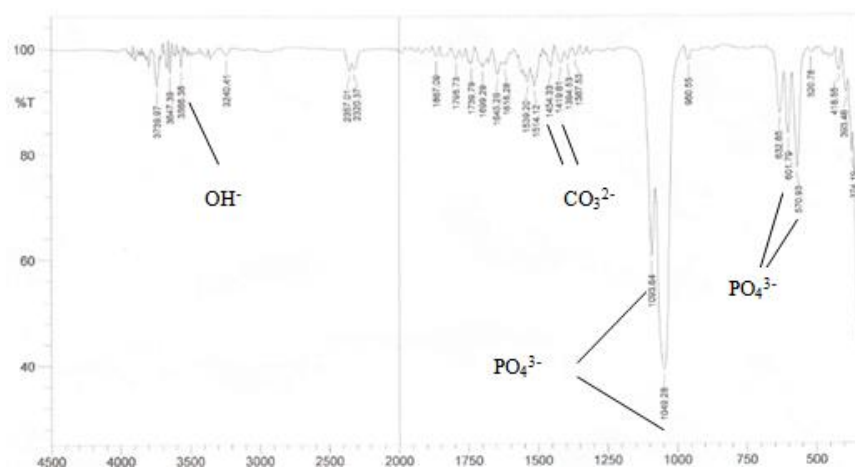
41



Gambar 4.4 Spektrum Variasi Lama Pengendapan 48 Jam

Spektrum FTIR pada sampel dengan lama pengendapan 48 jam disajikan pada **Gambar 4.4** menunjukkan adanya gugus OH^- pada bilangan gelombang $3568,31 \text{ cm}^{-1}$. Pita serapan OH^- yang terdapat pada **Gambar 4.4** merupakan pita serapan yang lemah. Pada bilangan gelombang $1041,56 \text{ cm}^{-1}$, $1093,64 \text{ cm}^{-1}$ terdapat pita serapan PO_4^{3-} yang bervibrasi secara *asimetris stretching*. Sedangkan pita serapan PO_4^{3-} pada bilangan gelombang $601,79 \text{ cm}^{-1}$ dan $570,93 \text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi *asimetris bending*. Sama seperti lama pengendapan 12 jam pada bilangan gelombang $1421,54 \text{ cm}^{-1}$ dan $1454,26 \text{ cm}^{-1}$ juga terdapat pita serapan CO_3^{2-} yang bervibrasi secara *asimetris stretching*.

42



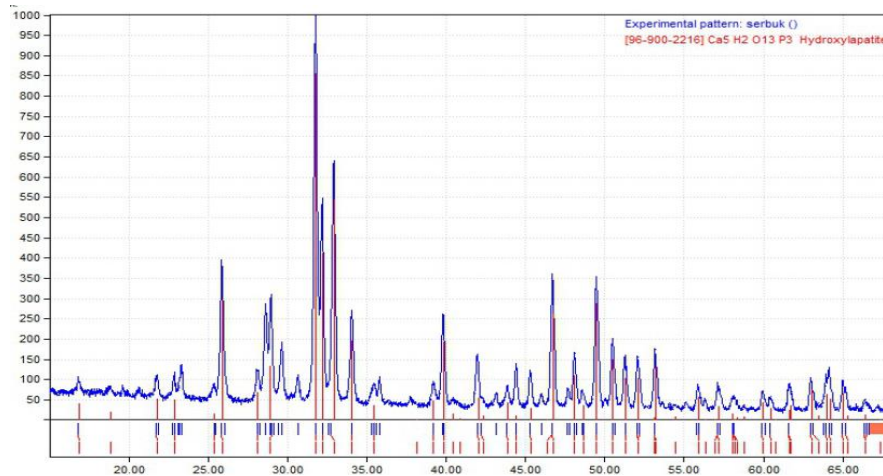
Gambar 4.5 Spektrum Variasi Lama Pengendapan 60 Jam

Spektrum FTIR pada sampel dengan lama pengendapan 60 jam disajikan pada **Gambar 4.5** menunjukkan adanya gugus OH^- pada bilangan gelombang $3566,38\text{ cm}^{-1}$. Pita serapan OH^- yang terdapat pada **Gambar 4.5** merupakan pita serapan yang lemah. Pada bilangan gelombang $1049,28\text{ cm}^{-1}$, $1093,64\text{ cm}^{-1}$ terdapat pita serapan PO_4^{3-} yang bervibrasi secara *asimetris stretching*. Sedangkan pita serapan PO_4^{3-} pada bilangan gelombang $601,79\text{ cm}^{-1}$ dan $570,93\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi *asimetris bending*. Sama seperti lama pengendapan 12 jam pada bilangan gelombang $1419,61\text{ cm}^{-1}$ dan $1454,33\text{ cm}^{-1}$ juga terdapat pita serapan CO_3^{2-} yang bervibrasi secara *asimetris stretching*.

Karakterisasi dengan FTIR dari 12, 24, 36, 48 dan 60 jam masing-masing menunjukkan bahwa gugus OH^- yang dihasilkan memiliki intensitas pita serapan yang lemah dan tidak lebar. Menurut Fessenden dan Joan (1992: 320), jika pita serapan OH^- yang muncul lemah dan berbentuk runcing, maka dianggap bahwa⁴³ ikatan hidrogen yang ada tidak ekstensif. Selain itu, masing-masing spektrum juga menunjukkan keberadaan CO_3^{2-} . Menurut Kahrizsangi, dkk (2011: 541), mengatakan bahwa keberadaan ion karbonat yang terdapat berasal dari tulang ikan yang tidak terdekomposisi sempurna pada saat kalsinasi.

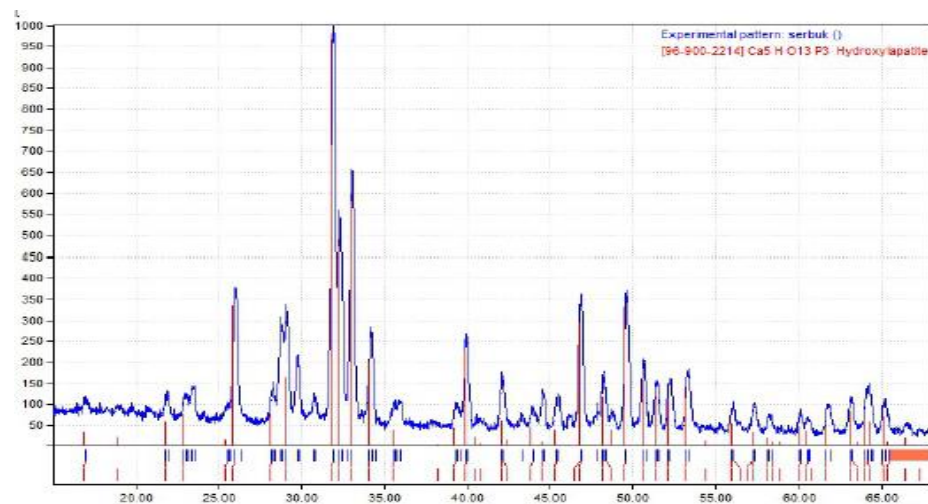
Untuk memperkuat kebenaran hasil karakterisasi dari FTIR, maka hasil sintesis dikarakterisasi lebih lanjut dengan menggunakan XRD. Selain untuk mengetahui senyawa yang dihasilkan, karakterisasi menggunakan XRD juga dilakukan untuk mengetahui struktur kristal dari sampel HA serta ukuran kristal yang diperoleh. Puncak-puncak yang muncul pada difraktogram XRD disesuaikan dengan *Joint*

Committee on Power Diffraction Standards (JCPDS). Difraktogram hasil pengujian hidroksiapatit dengan lama pengendapan 12 jam menggunakan XRD dapat dilihat pada **Gambar 4.6** berikut ini:



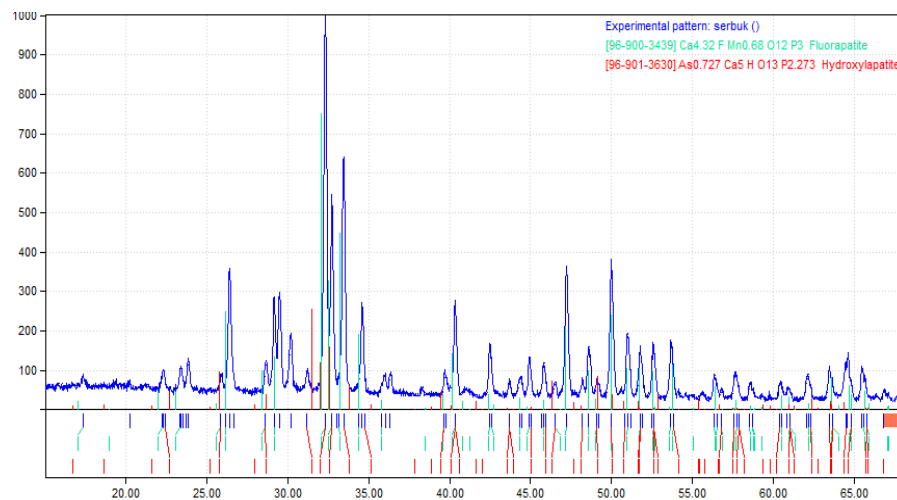
Gambar 4.6 Difraktogram XRD hasil sintesis dengan lama pengendapan selama 12 jam

Gambar 4.6 merupakan difraktogram hasil analisis XRD dengan variasi lama pengendapan 12 jam. Berdasarkan data JCPDS (96-900-2216), fase yang terbentuk adalah hidroksiapatit dengan puncak utama yang muncul pada sudut 2θ yaitu, $31,8438^\circ$; $32,9806^\circ$; $32,2494^\circ$.



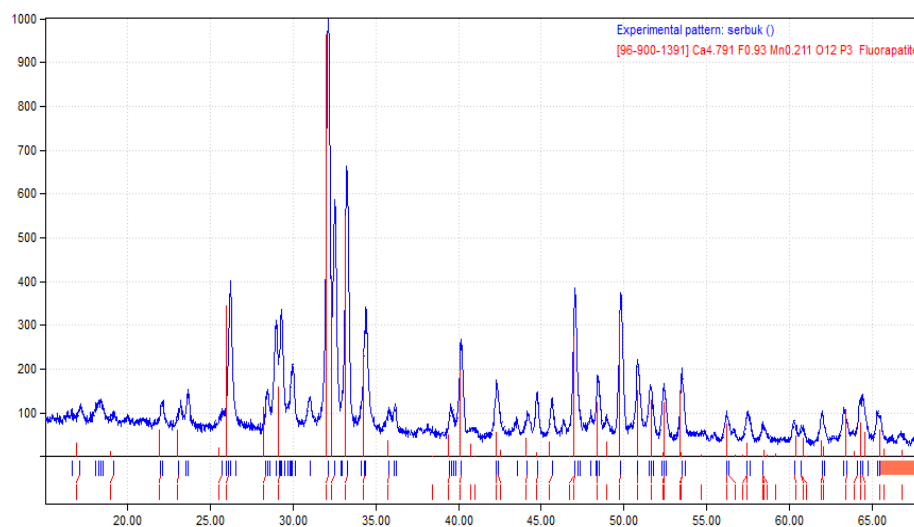
Gambar 4.7 Difrakogram XRD hasil sintesis dengan lama pengendapan selama 24 jam

Gambar 4.7 merupakan difraktogram hasil analisis XRD dengan variasi lama pengendapan 24 jam. Berdasarkan data JCPDS (96-900-2214), fase yang terbentuk adalah hidroksiapatit dengan puncak utama yang muncul pada sudut 2θ yaitu, $31,9814^\circ$; $33,1089^\circ$; $32,3800^\circ$.



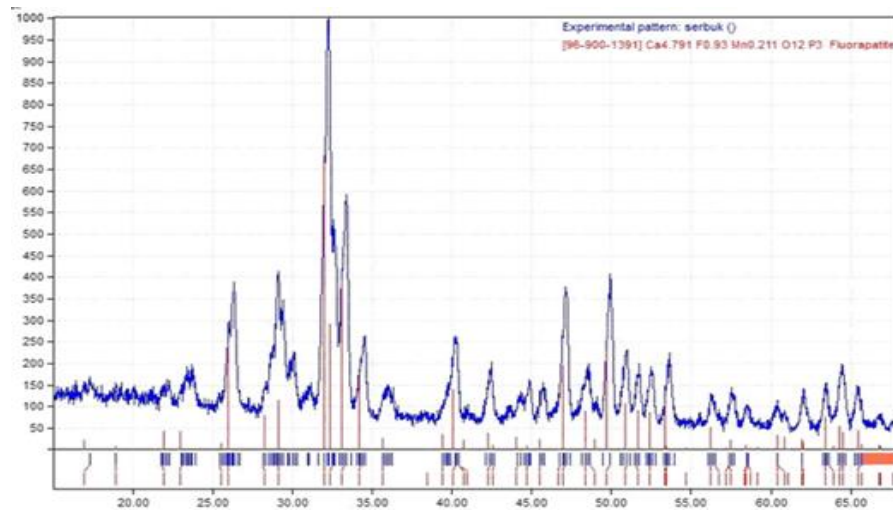
Gambar 4.8 Difrakogram XRD hasil sintesis dengan lama pengendapan selama 36 jam

Gambar 4.8 merupakan difraktogram hasil analisis XRD dengan variasi lama pengendapan 36 jam. Berdasarkan data JCPDS (96-900-3439), fase yang terbentuk adalah flouroapatit dan data JCPDS (96-901-3630), fase yang terbentuk adalah hidroksiapatit dengan puncak utama yang muncul pada sudut 2θ yaitu, $32,2560^\circ$; $33,3875^\circ$; $32,6655^\circ$.



Gambar 4.9 Difraktogram XRD hasil sintesis dengan lama pengendapan selama 48 jam

Gambar 4.9 merupakan difraktogram hasil analisis XRD dengan variasi lama pengendapan 48 jam. Berdasarkan data JCPDS (96-900-1391), fase yang terbentuk adalah flouroapatit dengan puncak utama yang muncul pada sudut 2θ yaitu, $32,1168^\circ$; $33,1721^\circ$; $49,7586^\circ$.



Gambar 4.10 Difrakogram XRD hasil sintesis dengan lama pengendapan selama 60 jam

Gambar 4.10 merupakan difraktogram hasil analisis XRD dengan variasi lama pengendapan 60 jam. Berdasarkan data JCPDS (96-900-1391), fase yang terbentuk adalah fluoroapatit dengan puncak utama yang muncul pada sudut 2θ yaitu, $232,0890^\circ$; $33,2238^\circ$; $32,4865^\circ$.

Karakterisasi dengan XRD menunjukkan bahwa senyawa yang dihasilkan berbentuk kristal heksagonal dengan ukuran kristal diperoleh masing-masing sebesar 211,2914 nm, 91,1442 nm, 78,2476 nm, 51,954 nm dan 33,9564 nm sebagaimana yang tercantum dalam **Tabel 4. 4**. Selain itu, difraktogram menunjukkan bahwa semua senyawa yang dihasilkan berbentuk kristal heksagonal dengan nilai a dan c untuk 12 jam sebesar $a = 9,4172 \text{ \AA}$ dan $c = 6,8799 \text{ \AA}$, 24 jam sebesar $a = 9,4081 \text{ \AA}$ dan $c = 6,8887 \text{ \AA}$, 36 jam sebesar $a = 9,3429 \text{ \AA}$ dan $c = 6,8110 \text{ \AA}$, 48 jam sebesar $a = 9,3596 \text{ \AA}$ dan $c = 6,8603 \text{ \AA}$ dan untuk 60 jam sebesar $a = 9,3596 \text{ \AA}$ dan $c = 6,6803 \text{ \AA}$. Sedangkan senyawa yang dihasilkan untuk lama pengendapan 12 dan 24 jam berupa

hidroksiapatit. Untuk lama pengendapan 36 jam diperoleh 2 senyawa yaitu flouroapatit dan hidroksiapatit. Untuk lama pengendapan 48 dan 60 jam diperoleh senyawa berupa flouroapatit. Flouroapatit yang dihasilkan terbentuk dari senyawa kalsium florida (CaF_2) yang terdapat dalam tulang ikan. Menurut Wijaya (2010: 27), tulang ikan tuna mengandung persenyawaan kalsium berupa, 58,3% kalsium fosfat, 3,83 kalsium karbonat dan 1,9 % kalsium florida. Sehingga dapat dikatakan bahwa lama pengendapan berpengaruh terhadap ukuran kristal dan senyawa yang terbentuk. Dimana semakin lama waktu yang dibutuhkan untuk terjadi pengendapan maka kristal yang diperoleh juga akan semakin kecil. Sedangkan untuk senyawa, semakin lama waktu yang dibutuhkan untuk terjadi pengendapan maka potensi untuk menghasilkan flouroapatit juga akan semakin besar. Hal ini terjadi karena pada proses pengendapan suatu endapan, suatu zat yang biasanya dapat larut akan terbawa mengendap dan peristiwa ini disebut kopresipitasi. Kopresipitasi dapat terjadi karena terbentuknya kristal campuran yang memasuki kisi kristal endapan.

BAB V

KESIMPULAN

A. Kesimpulan

Kesimpulan dari penelitian ini yaitu:

1. Rendamen hidroksiapatit yang dihasilkan dari serbuk kalsium oksida yang berasal dari tulang ikan tuna pada 12, 24, 36, 48 dan 60 jam masing-masing sebesar 91,15%, 91,24%, 91,39%, 91,55% dan 91,80%.
2. Berdasarkan dari hasil spektrum FTIR yang dihasilkan dapat disimpulkan ion karbonat (CO_3^{2-}) muncul pada bilangan gelombang 1400 cm^{-1} , ion fosfat (PO_4^{3-}) muncul pada bilangan gelombang $500\text{-}1100\text{ cm}^{-1}$ dan ion hidroksil (OH^-) muncul pada bilangan gelombang 3500 cm^{-1} .
3. Ukuran kristal yang dihasilkan dari setiap variasi lama waktu pendiaman masing-masing sebesar 211,2914 nm, 91,1442 nm, 78,2476 nm, 54,4136 nm dan 33,9564 nm. Selain itu, masing-masing kristal yang dihasilkan berbentuk heksagonal.

B. Saran

Saran dari penelitian ini yaitu:

1. Saran untuk penelitian selanjutnya yaitu, sebaiknya dilakukan variasi konsentrasi pada kalsium hidroksida ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) dan asam posfat (H_3PO_4) untuk memperoleh konsentrasi optimum sintesis hidroksiapatit.

2. Disarankan untuk penelitian selanjutnya agar melakukan pengujian lain seperti uji mekanik untuk hidroksiapatit untuk mengetahui kekerasan hidroksiapatit yang dihasilkan.
3. Disaran untuk penelitian selanjutnya agar melakukan pengujian dengan *Scanning Electron Microscope*) untuk mengetahui morfologi kristal yang dihasilkan.

DAFTAR PUSTAKA

Al-Qur'an Al Karim.

Ahmiatri, S Siti dan Djarwani S. Soejoko. "Pengaruh Ion Karbonat dalam Proses Presipitasi Senyawa Kalsium Fosfat". *Jurnal Makara Sains* Vol. 6 No. 2 (Agustus), h. 55-58.

Aisyah, Dara, dkk. "Program Pemanfaatan Sisa Tulang Ikan untuk Produk Hidroksiapatit: Kajian di Pabrik Pengolahan Kerupuk Lekop Kuala Trengganu-Malaysia". *Jurnal Siosioteknologi* Vol.26 (2012), h. 129-141.

Al-Sheikh, Abdullah bin Muhammad bin Abdurrahman bin Ishaq. *Lubaabut Tafsir Min Ibni Katsir*. Terj. M. Abdul Ghoffar dan Abu Ihsan al-Atsari. *Tafsir Ibnu Katsir*. Bogor: Pustaka Imam asy-Syafi'I, 2004.

Andika, Rio, dkk. "Pengaruh Waktu Aging dan Kecepatan Pengadukan pada Sintesis Hidroksiapatit dari Cangkang Telur dengan Metode Presipitasi". *JOM FTeknik* Vol.2 No.1 (2015), h. 1-8.

Brown, Paul W. dan Brent Constantz. *Hydroxyapatite and Related Materials*. Florida: CRC Press, Inc, 1994.

Cheng, Kui, dkk. " Synthesis of Hydroxyapatite/Fluoroapatite Solid Solution by a Sol-gel Method". *Material Letters*. Vol. 51 (2001), h. 37-41.

Defandi, Fadli. "Sifat Fisiko Kimia Minyak Ikan dari Limbah Pengolahan Ikan Tuna (*Thunnus sp*)". *Skripsi*, 2015.

Fessenden, Ralp J dan Joas S. Fessenden. *Organic Chemistry*. Terj. Aloysius Hadyana Pudjaatmaka. *Kimia Organik*. Jakarta: Erlangga, 1992.

Guiner. Andre. *X-ray Diffraction in Crystals, Imperfect Crystals and Amorphous Bodies*". New York: Dover Publications, Inc., 1994.

Griffiths, Peter R dan James A. de Haseth. *Fourier Transform Infrared Spectrometry*. New Jersey: John Wiley & Sonc, Inc, 2007.

Habibi, Abdullah, dkk. *Perikanan Tuna-Panduan Penangkapan dan Penanganan*. WWF-Indonesia, 2011.

Hadiwiyoto, Suwedo. *Teknologi Pengolahan Hasil Perikanan*. Yogyakarta: Liberty Yogyakarta, 2009. Hoque, M. Enamul, dkk. "Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite Bioceramic". *International Journal of Scientific Engineering and Technology*. 3 no. 5 (2014). H 458-462.

Hartati, Eni, dkk. "Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit (Hap) untuk Bahan Pengikat Tungstat dalam Sistem Generator 188W/188Re". *Jurnal Sains dan Teknologi Nuklir Indonesia*. Vol. 15 No. 2 (2014). H. 55-68.

Kementerian Agama RI. *Al-Qur'an Transliterasi Per Kata dan Terjemah Per kata*. Bekasi, Jawa Barat: Cipta Bagus Segara, 2012.

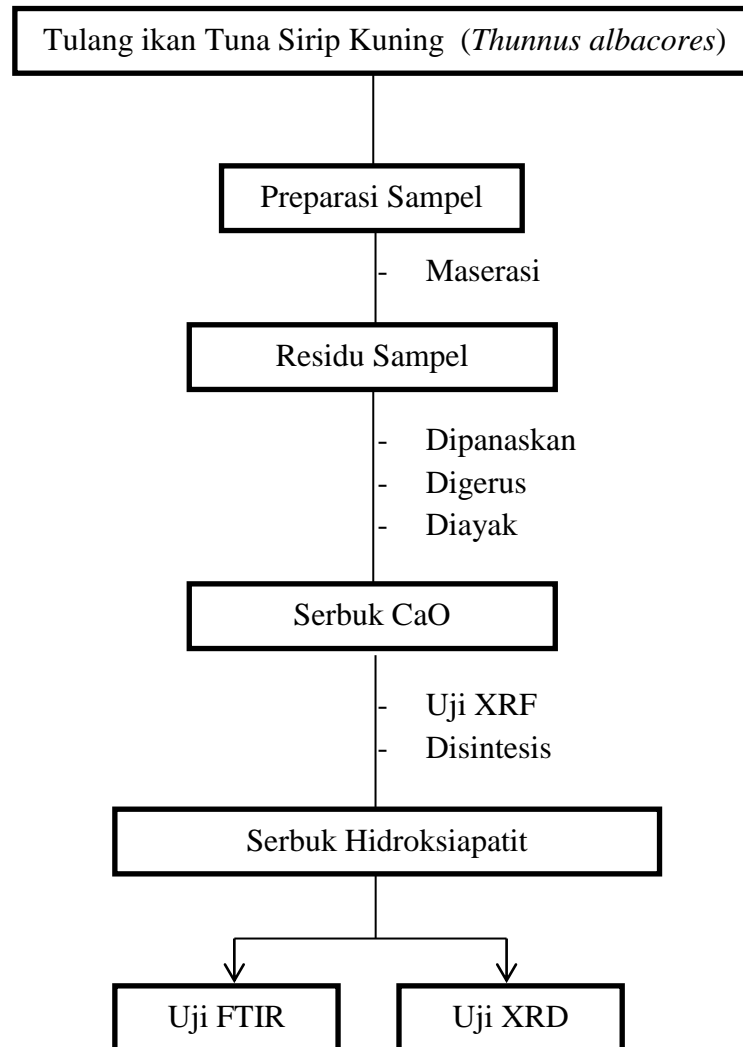
- Kahrizsingi, Reza Ebrahimi, dkk. "Characterization of Crystal Fluoroapatite Nanoparticles Synthesized via Mechanochemical Method". *Particuology*. Vol 9 (2011), h. 537-544.
- Khopkar, S.M. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: Universitas Indoneia, 1990.
- Kim, S da Mendis E. "Bioactive Compounds from Marine Processing by Products-a Review". *Food Research International*. Vol. 39 (2006), h. 383-393.
- Krisnawan, Aris. "Karakterisasi Sampel Paduan Magnesium Jenis AZ9 1D dengan Berbagai Variasi Waktu *Milling* Menggunakan *X-Ray Fluoresence* (XRF) dan *X-Ray Diffraction* (XRD)". *Skripsi*. 2009.
- Kordi, k M. Gufran H. *A to Z Budi Daya Biota Akuantik untuk Pangan, Kosmetik dan Obat-obatan*. Yogyakarta: Lily Publisher, 2010.
- Ignjatovic, Nenad, dkk. "Synthesis and Properties of Hydroxyapatite/Poly-L-Lactide Composite Biomaterials". *Journal Biomaterials*. 20 no. 9 (1999). H. 809-816.
- Jenkins, Ron. *X-Ray Fluorescence Spectrometry second Edition*. New Jersey: John Wiley & Sonc, Inc, 1988.
- Karyasa, I Wayan. "Study *X-Ray Fluoresence* dan *X-Ray Diffraction* terhadap Bidang Belah Batu Pipih Asal Tejakula". *Jurnal Sains dan Teknologi*. 2 no. 2 (2013). H 204-212.
- Khusna, Himnil. "Analisis Kandungan Kimia dan Pemanfaatan *Sludge* Industri Kertas sebagai Bahan Pembuatan Batako". *Skripsi*. 2012.
- Miazwir. "Analisis Aspek Biologi Reproduksi Ikan Tuna Sirip Kuning (*Thunnus albacares*) yang Tertangkap di Samudera Hindia". *Skripsi*. Universitas Indonesia, 2012.
- Mohammad, Nur Farahiyah, dkk. "Nanoporous Hydroxyapatite Preparation Methods for Drug Delivery Application". *Red. Adv. Mater. Sci.* 38 (2014). H. 138-147.
- Mulyono, dkk. "Kalibrasi Tenaga dan Standar Menggunakan Alat *X-Ray Fluorosence* (XRF) untuk Analisis Zirkonium dalam Mineral". *Prosiding Seminar*. (2012), h. 228-232.
- Murniyati, dkk. *Teknik Pengolahan Tepung Kalsium Dari Tulang Ikan Nila*. Jakarta: Penebar Swadaya, 2014.
- Nayak, Amit Kumar. "Hydroxyapatite Synthesis Methodologies: An Overview". *International Journal of ChemThech Research*. 2 no. 2 (2010). H. 903-907.
- Petrucchi, Ralph H., dkk. *General Chemistry Prinsiples and Modern Applications Ninth Edition*. Terj. Suminar Setiati Achmadi. *Kimia Dasar Prinsip-prinsip dan Aplikasi Modern Edisi Kesembilan*. Jakarta: Erlangga, 20018.
- Purnama, E. Firman, dkk. "Pengaruh Suhu Reaksi Terhadap Derajat Kristalinitas dan Komposisi Hidroksiapatit dibuat dengan Media Air dan Cairan Tubuh Buatan (*Synthetic Body Fluid*). *Jurnal Sains Materi Indonesia*. (2006). H 154-162.
- Putra, Yogi Hadi, dkk. "Pencampuran *Fillet* dan Tulang Tuna (*Thunnus sp.*) terhadap Karakteristik *Nuget* yang dihasilkan". *Jurnal Perikanan* (2013). H. 13-21.

- Rahajeng, Miranti. "Ikan Tuna Indonesia". *Warta Ekspor Kementerian Perdagangan*. 6 no. 3 (2012). H. 1-20.
- Rahman, Syaiful dan Mohammad Toifur. "Rancangan Eksperimen Analisis Struktur Mikro Sampel dengan Prinsip XRD Menggunakan Metode Kristal Berputar". *JRKPF UAD*. Vol. 3 No. 1 (2016), h. 5-9.
- Riyanto, Bambang, dkk. "Material Biokeramik Berbasis Hidroksiapatit Tulang Ikan Tuna". *JPHPI*, 16 no. 2 (2013). H 119-132.
- Rospiti, Epi. "Evaluasi Mutu dan Nilai Gizi Nugget Daging Merah Ikan Tuna (*Thunnus sp.*) yang diberi Perlakuan Titanium Dioksida". *Skripsi*. Institut Pertanian Bogor, 2007.
- Rujitanapanich, Sawittree, dkk. "Synthesis of Hidroxyapatite from Oyster Shell via Precipitation". *Energy Procedia*. 56 (2014). 112-117.
- Saksono, Nelson. "Analisa Iodat dalam Bumbu Dapur dengan Meode Iodometri dan X-Ray Fluorescence". *Makara, Teknologi*. Vol. 6 No. 3 (2002), h. 89-94.
- Santos, Mari Helena, dkk. "Synthesis control and Characterization of Hydroxyapatite Prepared by Wet Precipitation Process". *Materials Research*. 7 no. 4 (2004). H. 625-630.
- Sastrohamidjojo, Hardjono. *Spektroskopi Inframerah*. Yogyakarta: Liberty Yogyakarta, 1992.
- Satiadarma, Kosasih, dkk. *Asas pengembangan Prosedur Analisis*. Surabaya: Airlangga University Press, 2004.
- Shihab, M. Quraish. *Tafsir Almishbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an Volume 7*. Jakarta: Lentera Hati, 2002.
- Sebastian, Abin Abraham, dkk. "Chemical Synthesis Of Bone-Like Hydroxyapatite From Cuttle Fish Bones And Its Characterization". *International Journal Of Engineering Sciences and Management*. 4 no. 1 (2014).
- Smith, Brian C. *Fundamental of Fourier Transform Infrared Spectroscopy*. New York: CRC Press, 2011.
- Soedjono, Peter. *Azaz-azaz Ilmu Fisika Jilid 4 Fisika Modern*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press: 2001.
- Sukrama, Udi. *50 Pembahasan Mengenai Samudera*. Bandung: Mitra Aksara Panaitan, 2010.
- Sumardjo, Damin. *Pengantar Kimia: Buku Panduan Kuliah Mahasiswa Kedokteran dan Program Strata I Fakultas Bioeksakta*. Jakarta: EGC, 2008.
- Supratman, Unang. *Elusidasi Struktur Senyawa Organik*. Jatinagor, 2006.
- Suryadi. "Sintesis dan Karakterisasi Biomaterial Hidroksiapatit dengan Proses Pengendapan Kimia Basah". *Skripsi*. 2011.
- Suryanarayana, S dan M. Grant Norton. *X-Ray Diffraction A Partical Approach*. New York: Plenium Press, 1998.

- Trilaksani, dkk. "Manfaat Limbah Tulang Ikan Tuna (*Thunnus* sp.) Sebagai Sumber Kalsium Dengan Metode Hidrolisis Protein." *Buletin Hail Perikanan*. 9 no. 2 (2006). H. 36-45.
- Utoyo, Bambang. *Geografi Membuka Cakrawala Dunia 3*. Jakarta: Pusat Perbukuan Departemen Pendidikan Nasional, 2009.s
- Wahdah, I' anatul, dkk. "Sintesis Hidroksiapatit dari Tulang Sapi Dengan Metode Basah-Pengendapan". *Kimia Student Journal*. 1 no. 1 (2014). H 92-97.
- Wahl, DA dan JT Czernuszka. "Collagen Hydroxyapatite Composites for Hard Tissue Repair". *European Cell and Materials*. 11 (2006). H. 43-56.
- Wati, Sri Nugraha. "Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Limbah Cangkang Kerang Bulu (*Anadara antiquata*)". *Skripsi*. 2014.
- Yoruc, A. Binnaz Hazar dan Yeliz koca, "Double Step Stirring: A Novel Method for Precipitation of Nano-sized Hydroxyapatite Powder". *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, 4 no. 1 (2009). H. 73-81.
- Young, Hugh D., dkk. *University Physics with Moren Physics*. Australia: Pearson Education Inc, 2003.

Lampiran 1

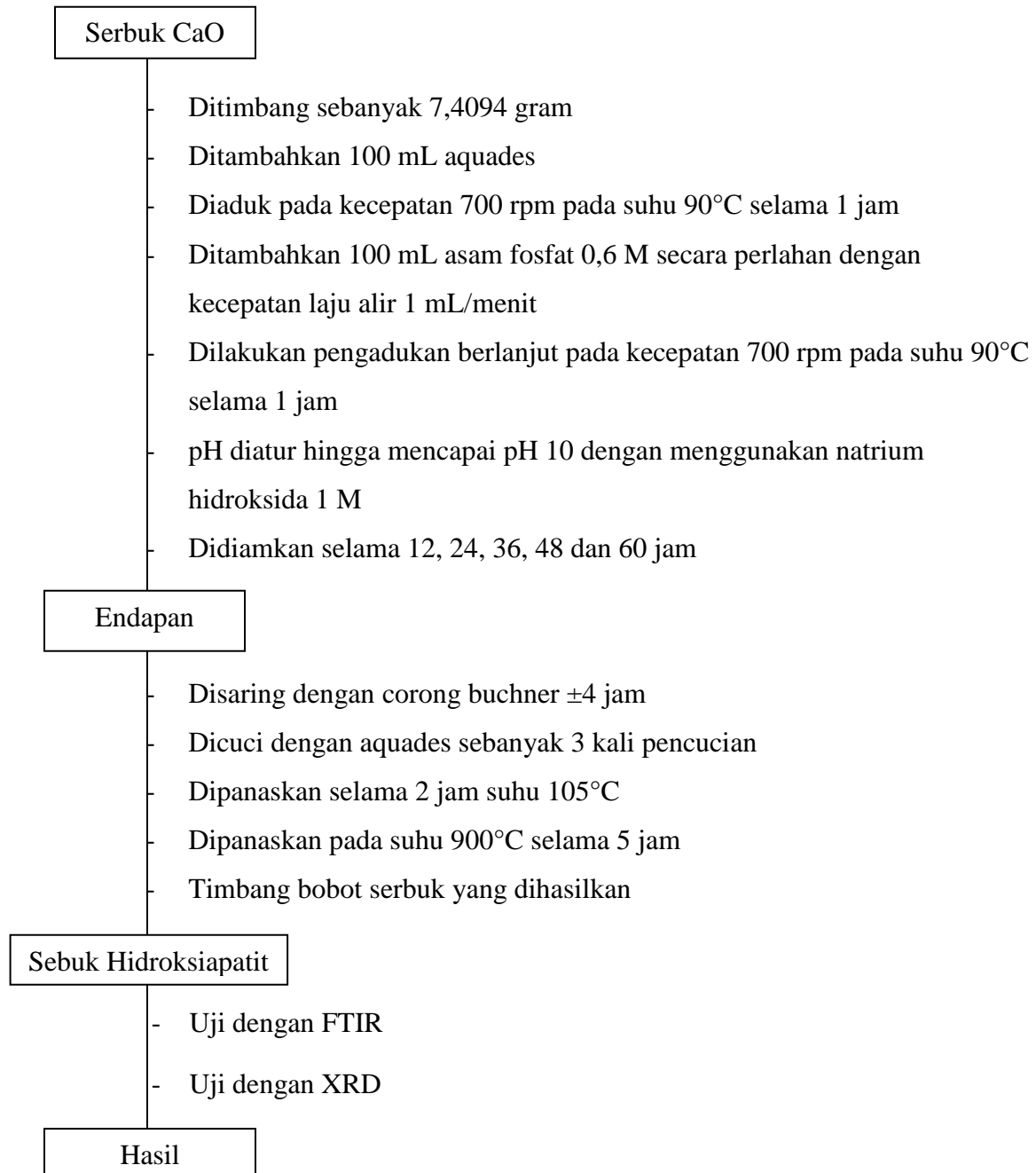
Bagan Penelitian



Lampiran 2

Skema kerja

1. Sintesis hidroksiapatit



Lampiran 3

Lampiran Perhitungan

1. Perhitungan Rendemen

Tabel 3.1.1 Rendamen Hidroksiapatit yang diperoleh

Lama Pengendapan (jam)	Bobot		Rendamen (%b/b)
	sebelum sintesis (gram)	setelah sintesis (gram)	
12	7,4094	6,7536	91,15
24	7,4096	6,7605	91,24
36	7,4094	6,7714	91,39
48	7,4094	6,7833	91,55
60	7,4095	6,8019	91,80

Contoh perhitungan

Diketahui : Bobot Sampel sebelum sintesis : 7,4094 gram

Bobot Setelah Sintesis : 6,7536 gram

Ditanyakan : Rendemen....?

Penyelesaian:

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{bobot setelah sintesis}}{\text{bobot sebelum sintesis}} \times 100$$

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{bobot setelah sintesis}}{\text{bobot sebelum sintesis}} \times 100$$

$$\text{Rendemen} = \frac{6,7536 \text{ gram}}{7,4094 \text{ gram}} \times 100\%$$

$$\text{Rendemen} = 91.15\%$$

2. Perhitungan Ukuran Kristal

Tabel 3.2.1 Data Hasil Analisis dengan XRD

Diketahui	Lama Pengendapan (jam)				
	12	24	36	48	60
K	0,98	0,98	0,98	0,98	0,98
Λ	15,406 nm	15,406 nm	15,406 nm	15,406 nm	15,406 nm
cos θ	$\theta_1 = 31,8438$	$\theta_1 = 32,9814$	$\theta_1 = 32,2560$	$\theta_1 = 32,1168$	$\theta_1 = 32,0890$
	$\theta_2 = 32,9806$	$\theta_2 = 33,1089$	$\theta_2 = 33,3875$	$\theta_2 = 33,1721$	$\theta_2 = 33,2238$
	$\theta_3 = 32,2494$	$\theta_3 = 32,3800$	$\theta_3 = 32,6655$	$\theta_3 = 49,7586$	$\theta_3 = 32,4865$
FWHM _{ins}	Ins ₁ = 0,2162	Ins ₁ = 0,3154	Ins ₁ = 0,2951	Ins ₁ = 0,5903	Ins ₁ = 0,5951
	Ins ₂ = 0,2149	Ins ₂ = 0,2996	Ins ₂ = 0,2935	Ins ₂ = 0,5101	Ins ₂ = 0,5935
	Ins ₃ = 0,2211	Ins ₃ = 0,3160	Ins ₃ = 0,2940	Ins ₃ = 0,4156	Ins ₃ = 0,5940
FWHM _{sta}	Sta ₁ = 0,2000	Sta ₁ = 0,2400	Sta ₁ = 0,1870	Sta ₁ = 0,2800	Sta ₁ = 0,2000
	Sta ₂ = 0,2000	Sta ₂ = 0,2400	Sta ₂ = 0,1866	Sta ₂ = 0,2800	Sta ₂ = 0,2000
	Sta ₃ = 0,2000	Sta ₃ = 0,2400	Sta ₃ = 0,1782	Sta ₃ = 0,2800	Sta ₃ = 0,2000

Catatan: ins : instrumen

Sta : standar

Tabel 3.4.2 Ukuran Kristal Berdasarkan Analisis XRD

Lama Pengendapan (jam)	Ukuran Kristal (nm)
12	211,2914
24	91,1442
36	78,2476
48	54,4136
60	33,9564

Contoh Perhitungan

Lama Pengendapan 12 jam

Diketahui :	k	= 0,98
	λ	= 1,5406 Å = 15,406 nm
	$\cos \theta_1$	= 31,8438
	$\cos \theta_2$	= 32,9806
	$\cos \theta_3$	= 32,2494
	$\text{FWHM}_{\text{inst1}}$	= 0,2162
	$\text{FWHM}_{\text{stan1}}$	= 0,2000
	$\text{FWHM}_{\text{inst2}}$	= 0,2149
	$\text{FWHM}_{\text{stan2}}$	= 0,2000
	$\text{FWHM}_{\text{inst3}}$	= 0,2211
	$\text{FWHM}_{\text{stan3}}$	= 0,2000

Ditanyakan: $\tau_{\text{rata-rata}}$?

Penyelesaian:

$$\tau_1 = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$\tau_1 = \frac{0,98 \times 15,406 \text{ nm}}{0,0825 \cos 31,8438}$$

$$\tau_1 = \frac{1,50978}{0,0819 \times 0,8495}$$

$$\tau_1 = \frac{15,0979}{0,0700}$$

$$\tau_1 = 215,6842 \text{ nm}$$

$$\beta^2 = \text{FWHM}_{\text{instrumen}}^2 - \text{FWHM}_{\text{standar}}^2$$

$$\beta^2 = (0,2162)^2 - (0,2000)^2$$

$$\beta^2 = 0,0468 - 0,04$$

$$\beta^2 = 0,0068$$

$$\beta = \sqrt{0,068}$$

$$\tau_2 = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$\tau_2 = \frac{0,98 \times 15,406 \text{ nm}}{0,0787 \cos 32,9806}$$

$$\tau_2 = \frac{1,50978}{0,0787 \times 0,8389}$$

$$\tau_2 = \frac{15,0978}{0,0660}$$

$$\tau_2 = 228,7545 \text{ nm}$$

$$\beta^2 = \text{FWHM}_{\text{instrumen}}^2 - \text{FWHM}_{\text{standar}}^2$$

$$\beta^2 = (0,2149)^2 - (0,2000)^2$$

$$\beta^2 = 0,0462 - 0,04$$

$$\beta^2 = 0,0062$$

$$\beta = \sqrt{0,062}$$

$$\tau_3 = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$\tau_3 = \frac{0,98 \times 15,406 \text{ nm}}{0,0943 \cos 32,2494}$$

$$\tau_3 = \frac{15,0978}{0,0943 \times 0,8457}$$

$$\tau_3 = \frac{15,0978}{0,0797}$$

$$\tau_3 = 189,4341 \text{ nm}$$

$$\beta^2 = \text{FWHM}_{\text{instrumen}}^2 - \text{FWHM}_{\text{standar}}^2$$

$$\beta^2 = (0,2211)^2 - (0,2000)^2$$

$$\beta^2 = 0,0489 - 0,04$$

$$\beta^2 = 0,0089$$

$$\beta = \sqrt{0,089}$$

Ukuran Kristalit rata-rata:

$$= \frac{\tau_1 + \tau_2 + \tau_3}{3}$$

$$= \frac{215,6842 + 228,7545 + 189,4341}{3}$$

$$= 211,2914 \text{ nm}$$

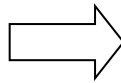
Lampiran 4

Dokumentasi Penelitian

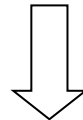
1. Preparasi Sampel



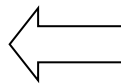
Tulang Ikan Tuna Sirip Kuning



Perebusan Tulang Ikan tuna



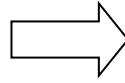
Pembersihan dari jaringan lunak



Pengeringan Tulang Ikan Tuna



Perendaman dengan aseton

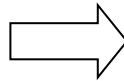


Proses Penguapan

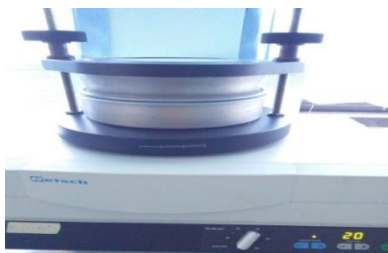
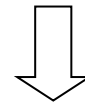
2. Pembuatan CaO



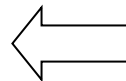
Sebelum pemanasan suhu 900°C



Setelah Pemanasan 900°C



diayak

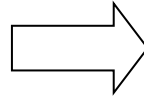


Penggerusan

3. Sintesis Hidroksiapatit



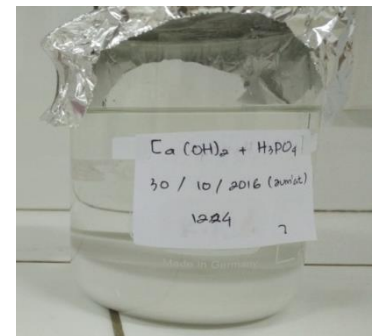
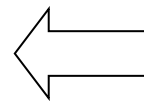
Proses pencampuran



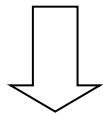
Setelah Pencampuran



Penyaringan



Setelah diendapkan



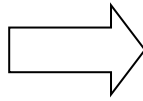
Proses Pencucian



Pemanasan Suhu 900°C



Analisis dengan XRD



Analisis dengan FTIR

RIWAYAT HIDUP



Mutmainnah adalah nama dari penulis skripsi ini. Penulis lahir di Pinrang tepat pada hari jum'at 03 Februari 1995 dan merupakan anak ke-2 dari 3 bersaudara dari pasangan Muh. Nuh Patarai dan Hasma. Penulis mulai menjajaki dunia pendidikan sejak tahun 2000-2006 di SDN 21 Pinrang. Kemudian pada tahun 2006-2012 melanjutkan pendidikan di Pondok Pesantren DDI Lil Banat Pare pare. Kemudian pada tahun 2012 nama penulis mulai tercatat sebagai mahasiswi kimia Fakultas Sains dan Teknologi dari salah satu perguruan tinggi negeri yang terletak di Sulawesi Selatan tepatnya Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar. Tepat pada 02 Desember 2016, penulis sudah berstatus sebagai Alumni dari universitas tersebut. Pengalaman Organisasi penulis yaitu aktif dalam organisasi Himpunan Mahasiswa Jurusan Kimia periode 2014-2015.